

UNIVERSITÉ DE SHERBROOKE  
Faculté de génie  
Département de génie civil

# INVESTIGATION EXPÉRIMENTALE ET MODÉLISATION NUMÉRIQUE DU COMPORTEMENT DES BULLES D'AIR DANS LES BÉTONS FLUIDES

## EXPERIMENTAL INVESTIGATION AND NUMERICAL SIMULATION OF THE BEHAVIOR OF AIR BUBBLES IN FLUID CONCRETES

Thèse présentée pour obtenir le grade de docteur de l'Université de Sherbrooke  
Spécialité : génie civil

Toufik FANTOUS

Jury :	Ammar YAHIA, Directeur de recherche	Université de Sherbrooke
	Brahim SELMA, Co-directeur	Institut de recherche d'Hydro-Québec
	Richard GAGNÉ, Rapporteur	Université de Sherbrooke
	Ahmed LOUKILI, Évaluateur	École Centrale de Nantes
	Mohammed SONEBI, Évaluateur	Queen's University Belfast



# RÉSUMÉ

Les bétons autoplaçant (BAP) constituent une nouvelle gamme de bétons de haute performance développés pour faciliter la mise en place et améliorer la durabilité des structures en béton. Ces bétons se caractérisent principalement par leur grande fluidité où leur mise en place ne nécessite aucune vibration. Les mécanismes de détérioration affectant la durabilité des ouvrages en béton sont fonctions de plusieurs paramètres, notamment ceux en lien avec la stabilité du réseau de bulles d'air (RBA) et sa répartition dans la matrice. Cette dernière, compte parmi les caractéristiques les plus essentielles, du fait qu'une distance adéquate entre les bulles d'air, permet d'immuniser le béton contre les phénomènes de détérioration. Étant donné leur grande fluidité, la stabilité du réseau d'air dans les BAP représente un défi majeur à réaliser. En effet, cette fluidité favorise le libre déplacement des bulles d'air accentuant, par le fait même, leurs coalescence et échappement. Cela tend à mettre en péril la capacité de leur suspension dans la matrice et, par conséquent, leur pérennité dans le temps. Le comportement imprévisible des bulles d'air à l'intérieur de la matrice cimentaire et leurs interactions avec le milieu fluide environnant sont essentiellement influencés par la rhéologie de la phase suspendante et les méthodes de mise en place. Ce comportement doit être approfondi et compris.

Actuellement, l'utilisation d'agents entraîneurs d'air (AEA) est une pratique très répandue dans l'industrie du béton pour préserver la durabilité de ces bétons. Les AEA sont des adjuvants tensioactifs qui permettent de stabiliser les bulles d'air formées pendant le malaxage. En effet, l'action des AEA permet d'abaisser la tension superficielle de l'eau de gâchage, ce qui favorise la formation des bulles d'air de différentes dimensions à l'intérieur du béton. Ainsi, les bulles stabilisées dans le béton permettent de le protéger contre les phénomènes de dégradation causées par les cycles de gel-dégel, écaillage, etc. L'air entraîné est constitué de réseau de petites bulles d'air microscopiques qui jouent le rôle de chambres d'expansion servant à contrer l'action expansive du gel à l'intérieur du béton. L'efficacité d'un AEA est conditionnée principalement par sa capacité à stabiliser les bulles d'air formées et uniformiser leur répartition à l'intérieur de la matrice cimentaire (facteur d'espacement). Ces caractéristiques sont influencées par plusieurs facteurs, notamment les constituants (liant, adjuvants, granulats, etc.), la rhéologie (viscosité) ainsi que plusieurs autres paramètres externes, tels que le transport, le pompage, etc. À cet effet, l'entraînement de l'air dans le béton est considéré comme étant un processus complexe et délicat qui nécessite un contrôle rigoureux et continu durant toutes les phases de construction d'un ouvrage en béton. Néanmoins, plusieurs problèmes ont été perçus sur la constance des différentes caractéristiques du réseau d'air des BAP et tendent à causer l'instabilité du RBA. Ces difficultés peuvent survenir à n'importe quelle étape de production, que ce soit durant la formulation, transport et/ou la mise en place.

Afin de comprendre ce phénomène et son influence sur les caractéristiques du RBA dans les BAP, il est important d'étudier l'effet de plusieurs facteurs sur le comportement des bulles d'air (teneur en air, facteur d'espacement, surface spécifique et fraction efficace des bulles d'air) et les dommages occasionnés par ces facteurs d'influence. La présente étude a pour objectif principal d'étudier la stabilité du RBA dans les bétons fluides. Ceci contribuera à mieux contrôler les paramètres de formulation afin de produire un béton ayant un RBA adéquat dès sa formulation, et ce, jusqu'à sa mise en place, sans que les propriétés d'air ne soient affectées. Ainsi, la compréhension du comportement des bulles d'air à l'intérieur du béton frais et

l'aptitude de ce dernier à les garder en suspension continue, influencées par la rhéologie et la présence des adjuvants et des constituants, comptent parmi les paramètres les plus névralgiques pour ce type de béton.

Cette recherche exhaustive vise essentiellement à évaluer expérimentalement l'influence de différents paramètres, dont la rhéologie (faible à élevée), les adjuvants (plusieurs combinaisons de SP-AEA-VMA), les modes de cisaillement (statique, semi-statique et dynamique), le squelette granulaire (compacité et  $\phi_{\max}$ ), ratio pâte/sable, teneur en alcalis et le facteur temps, sur la stabilité du réseau de bulles d'air et sur ses différentes caractéristiques (facteur d'espacement, surface spécifique et faction efficace des bulles d'air). Plusieurs méthodes de mesures (ASTM C213, SAM, AVA-3000, ASTM C457-A, B et C, ASTM C185, EN-413) sont également utilisées et discutées. Ces analyses expérimentales sont soutenues par des simulations numériques sur le code de calcul FLOW3D afin d'analyser la performance d'écoulement et la stabilité du RBA dans différentes situations.

### **Mot clés**

Adjuvants, Béton autoplacant, Compacité granulaire, Facteur d'espacement, Flow3D, Surface spécifique, Mécanique des Fluides, Modes de cisaillement, Rhéologie, Teneur en air, Teneur en alcalis.



# ABSTRACT

SCCs are a new class of high-performance concretes developed to facilitate casting and improve the durability of concrete structures. These concretes are characterized by higher fluidity compared to conventional concrete. The deterioration mechanisms affecting durability of concrete structures are function of several parameters, including those related to stability of the air-void system (AVS) and its distribution in the hydrated cement matrix. This stability of AVS is one of the most essential characteristics affecting the distance between the air bubbles necessary to improve frost durability of concrete. In addition, the stability of the AVS in SCC is challenging because its high fluidity promotes the free displacement of air bubbles, hence promoting their coalescence and escape. The unpredictable behavior of air bubbles inside the hydrated cement matrix and their interactions with the surrounding fluid are mainly influenced by the rheology of the suspending phase and the casting method

The use of air entrainment agents (AEA) is a common practice in the concrete industry to improve frost durability. AEAs are a special chemical surfactant admixture that stabilize air bubbles formed during mixing. Indeed, the AEA reduce the surface tension of the mixing water, hence facilitate the incorporation of different dimensions of air-bubbles inside the concrete. The entrained air-bubbles are small microscopic air bubbles that act as expansion chambers to counteract the expansive action due to freeze-thawing cycles, scaling, etc. The efficiency of AEA is mainly evaluated by its ability to stabilize the formed air bubbles and ensure their uniform distribution within the hydrated cement matrix (spacing factor). These characteristics are influenced by several factors, including binder type, admixtures, aggregates, rheology (viscosity) and several other external parameters, such as transport, pumping, etc. This makes the entrainment process in concrete one of the most complex and delicate process, which requires rigorous and continuous control during all phases of concrete processing. Nevertheless, several problems were observed on different characteristics of AVS in SCC. These difficulties cause instability of the AVS and can occur at any stage of production transport, and/or placement.

This research aims to experimentally investigate the effect of various mixture parameters and shear regime on the characteristics (air content, spacing factor, surface area and effective fraction of air bubbles) of AVS in SCC. This will contribute in better controlling the influencing factor to produce SCC mixtures with adequate AVS to secure good durability. The rheology, the presence of adjuvants, and constituents are among the most important parameters affecting the AVS in concrete. The understanding of behavior of air-bubbles in fresh hydrated cement matrix help to keep them in continuous suspension. The influence of various parameters, including rheology (low to high viscosity), admixtures (different combinations of HRWR-AEA-VMA, shear modes (static, semi-static, and dynamic), the granular skeleton (packing density and maximum size of aggregate,  $\phi_{\max}$ ), paste/sand ratio, binder alkali content, and age on the stability of AVS and its characteristics (spacing factor, specific surface, and effective fraction of air bubbles) is evaluated. These experimental analyzes are supported by numerical simulations with FLOW3D code in order to analyze the flow performance and stability of the AVS in different situations. In addition, several test methods (ASTM C213, SAM, AVA-3000, ASTM C457-A, B and C, ASTM C185, EN-413) are also used and discussed.

**Keywords**

Admixtures, Self-consolidating concrete, Packing density, Spacing factor, Flow3D, Specific surface, Computational Fluid Dynamics, Shear modes, Rheology, Air content, Alkali content.

# REMERCIEMENTS

Je tiens sincèrement à remercier mon directeur de thèse le professeur Ammar Yahia pour ses conseils, sa disponibilité et son encadrement durant ma formation doctorale à l'Université de Sherbrooke. Je tiens aussi à remercier mon codirecteur de recherche Mr. Brahim Selma pour ses conseils, notamment lors des simulations numériques.

Je tiens également à remercier chacun des partenaires, Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie du Canada (CRSNG) et les industriels, membre de la chaire de recherche sur les bétons à rhéologie adaptée (BFRA), en particulier; Julie Arsenault (Sika Canada), Michel Lessard (Euclid Canada), Mario Dupuis (Rütgers Polymères Ltée), Benoit Larocque (Groupe Qualitas/SNC-Lavalin), Richard Morin (Ville de Montréal), Alain Hovington (Ministère des Transports du Québec), Alain Prézeau (Hydro Québec), Gaétan Couture et Élias Kassab (Les Services EXP). Je vous dis à tous merci, les échanges que nous avons eus durant les réunions de la Chaire et vos conseils m'ont été d'une grande aide.

Mes remerciements vont aux collègues et stagiaires du groupe de recherche dont les échanges et/ou assistances au laboratoire m'ont beaucoup aidé pendant mon doctorat, en particulier; Younes Zouaoui, Masoud Hosseinpour, Aghiles Begriche, Yasser Rifaai et Dima Youness. Je tiens aussi à remercier les techniciens de laboratoire du groupe béton, en particulier; Rajko Vojnovic, Josée Bilodeau et Ghislaine Luc.

Je tiens à remercier les membres de ma famille pour leur soutien et encouragement. Enfin, un gros merci à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce projet.

# TABLE DES MATIÈRES

## RÉSUMÉ

## ABSTRACT

## CHAPITRE 1 : INTRODUCTION ..... 1

1.1	Problématique.....	1
1.2	Objectifs de l'étude .....	4
1.3	Originalité.....	6
1.4	Organisation de la thèse .....	7
1.5	Références .....	10

## CHAPITRE 2 : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE ..... 12

2.1	Introduction .....	12
2.2	Réseau de bulles d'air .....	12
2.2.1	Mécanisme d'action des AEA.....	13
a.	Mode d'action des surfactants.....	13
b.	Mode d'action hydrophobique .....	14
c.	Mode d'adsorption .....	15
2.3	Tension superficielle des bulles d'air.....	16
2.3.1	Méthodes pour mesurer la TS .....	17
a.	Méthode de la goutte pendante .....	17
b.	Méthode de la pression maximale à l'intérieur d'une bulle .....	20
c.	Méthode par arrachement.....	21
d.	Méthode de la capillarité.....	22
2.4	Nature du film entourant les bulles d'air.....	23
2.5	Propriétés physico-chimiques de l'enveloppe des bulles d'air .....	25
2.5.1	Propriétés physiques.....	25
a.	Transparence ou translucidité .....	25
b.	Interaction des bulles d'air avec le liant cimentaire .....	26
c.	Comportement des bulles d'air sous pression .....	27
d.	Autorégénération.....	28
2.5.2	Propriétés chimiques .....	28
2.6	Principales caractéristiques du RBA .....	30
2.6.1	Teneur en air.....	31

2.6.2 Facteur d'espacement.....	31
2.6.3 Surface spécifique .....	34
2.6.4 Fraction d'air efficace .....	34
2.7 Paramètres influençant le RBA .....	35
2.7.1 Type et nature du ciment.....	37
2.7.2 Ajouts cimentaires.....	39
2.7.3 Les adjuvants.....	41
2.7.4 Squelette granulaire.....	43
2.7.5 Rhéologie .....	46
2.7.6 Malaxage, transport, pompage et mise en place du béton.....	48
2.8 Influence des AEA sur les propriétés du béton .....	52
2.9 Phénoménologie de la protection contre le gel .....	54
2.10 Instabilité du réseau de bulles d'air .....	57
2.10.1 Expulsion des bulles d'air .....	57
2.10.2 Dissolution de l'air dans l'eau.....	58
2.10.3 Coalescence des bulles d'air .....	62
2.11 Les fluides complexes .....	68
2.11.1 Viscosité et inertie.....	68
2.12 Forces agissant sur une bulle d'air dans un fluide .....	70
2.12.1 Poussée d'Archimède.....	71
2.12.2 Les forces de Van der Waals.....	72
2.12.3 Forces de friction.....	72
2.12.4 Force de Basset-Boussinesq ou d'histoire.....	73
2.12.5 Force de la masse ajoutée.....	74
2.13 Équation de Navier-Stokes.....	75
2.14 Conclusion.....	80
2.15 Références .....	81
<b>CHAPITRE 3 : MÉTHODOLOGIE.....</b>	<b>90</b>
3.1 Introduction .....	90
3.2 Principales phases du projet .....	90
3.3 Phase expérimentale.....	93
3.3.1 Formulation des mélanges.....	94
3.4 Détermination du volume d'air .....	94
3.4.1 Mortier.....	94
3.4.2 Béton autoplaçant.....	95
a. Méthode pressiométrique selon la norme ASTM C231 .....	95
b. AVA-3000 (Air-Void Analyzer).....	95

c. Super air-mètre (SAM) .....	97
d. ASTM C457 Procédures A, B et C .....	103
3.5 Modes de cisaillement .....	107
3.5.1 Mode statique .....	107
3.5.2 Mode semi-statique .....	108
3.5.3 Mode dynamique .....	108
3.6 Phase de simulations numériques .....	110
3.6.1 Volume of fluid (VOF) .....	111
a. Fractionnement volumique du fluide .....	112
b. Propriétés des cellules aux interfaces limites .....	116
3.7 Conclusion .....	117
3.8 Références .....	117

## **CHAPITRE 4 : SIMULATION NUMÉRIQUE DE LA STABILITÉ STATIQUE ET DYNAMIQUE DES BULLES D'AIR DANS DES MATÉRIAUX À BASE DE CIMENT HAUTEMENT FLUIDES ... 118**

4.1 Résumé .....	119
4.2 Abstract .....	119
4.3 Introduction .....	120
4.4 Modelled set-up .....	123
4.5 Properties of the modelled materials .....	124
4.6 Numerical simulations and boundary conditions .....	125
4.7 Results and discussion .....	130
4.7.1 Flow performance of 3-phases of modelled suspensions under static and dynamic shear modes .....	131
4.7.1.1 Effect of plastic viscosity of the suspending fluid on flow performance of the investigated suspensions .....	131
4.7.1.2 Effect of surface tension of the suspending fluid on flow performance of the investigated suspensions .....	136
4.7.1.3 Effect of interaction between suspending fluid, solid particles, and air bubbles on flow performance of the investigated suspensions .....	140
4.7.2 Stability of the air-void system under static and dynamic shear modes .....	141
4.7.2.1 Evaluation of AVS stability using image analysis .....	142
4.7.2.2 Effect of the plastic viscosity of suspending fluid on stability of air-void system .....	146
a. Horizontal plane XY, parallel to flow direction .....	146
b. Vertical plane YZ, perpendicular to the flow direction .....	147
4.7.2.3 Effect of the surface tension of suspending fluid on stability of AVS .....	149
a. Horizontal plane XY, parallel to flow direction .....	149

b. Vertical plane YZ, perpendicular to the flow direction .....	150
4.7.2.4 Effect of the air bubble's diameter on stability of the AVS .....	151
a. Stability of AVS in the flow direction (horizontal plane) .....	152
b. Stability of air bubbles in the vertical direction .....	154
4.7.2.5 Effect of initial vertical position of the air bubbles on stability of the AVS .....	154
4.8 Conclusions .....	155
4.9 Acknowledgment .....	157
4.10 References .....	158
 <b>CHAPITRE 5 : EFFET DE LA VISCOSITÉ ET DU RÉGIME DE CISAILEMENT SUR LA STABILITÉ DU RÉSEAU DE BULLES D'AIR DANS LE BÉTON AUTOPLAÇANT UTILISANT LA MÉTHODE DE TAGUCHI .....</b>	<b>163</b>
5.1 Résumé .....	164
5.2 Abstract .....	164
5.3 Introduction .....	165
5.4 Taguchi method .....	168
5.5 Experimental program .....	170
5.1.1 Materials and mixing procedures .....	170
5.1.2 Shear regimes and air-characteristics .....	171
5.1.3 Mixture proportioning .....	173
5.6 Analysis of experimental results .....	174
5.6.1 Analysis of the signal-to-noise (S/N) ratio .....	174
5.6.2 ANOVA Analysis .....	179
5.6.3 Effect of controlled parameters on modeled responses .....	180
5.7 Conclusions .....	183
5.8 Acknowledgment .....	184
5.9 References .....	184
 <b>CHAPITRE 6 : INFLUENCE DES COMBINAISONS SP-VMA-AEA ET DU CISAILEMENT SUR LES CARACTÉRISTIQUES DU RÉSEAU DE BULLES D'AIR DANS LE BÉTON AUTOPLAÇANT .....</b>	<b>188</b>
6.1 Résumé .....	189
6.2 Abstract .....	189
6.3 Introduction .....	190
6.4 Experimental Program .....	193
6.4.1 Materials .....	193

6.4.2 Mixture proportioning and test procedures .....	194
6.4.3 Shear regimes .....	195
6.5 Results and discussion.....	196
6.5.1 Admixture demand and sensitivity of measurements .....	199
6.5.2 Effect of HRWR-VMA-AEA combinations and shear mode on the stability of AVS.....	201
6.5.3 Effect of HRWR-VMA-AEA combination and the characteristics of AVS.....	204
6.5.4 Spacing factor measurements: AVA vs. SAM test methods.....	205
6.6 Conclusions .....	206
6.7 Acknowledgment .....	207
6.8 References .....	208
 <b>CHAPITRE 7 : CARACTÉRISTIQUES DU RÉSEAU DE BULLES D'AIR DANS LES MATÉRIAUX FLUIDES À BASE DE CIMENT</b> .....	<b>211</b>
7.1 Résumé.....	212
7.2 Abstract .....	212
7.3 Introduction .....	213
7.4 Experimental program.....	216
7.4.1 Materials and test procedures.....	216
7.4.2 Mixture proportioning .....	217
a. SCC mixtures .....	217
b. Mortars mixtures .....	218
7.5 Results and discussions .....	219
7.5.1 Air-void characteristics of SCC mixtures .....	221
7.5.1.1 Correlation between air-void systems at fresh and hardened states.....	223
7.5.1.2 Stability of the AVS in SCC mixtures .....	228
a. Stability of air contents with time .....	228
b. Variation of $A_{300}$ between fresh and hardened state .....	229
7.5.2 Air-void characteristics of fluid mortar mixtures.....	232
7.5.3 Comparative evaluation of different test methods .....	235
7.6 Conclusions .....	237
7.7 Acknowledgment .....	238
7.8 References .....	238
 <b>CHAPITRE 8 : CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES...</b>	<b>241</b>
8.1 Conclusions générales .....	241
8.1.1 Évaluation de l'influence du comportement rhéologique .....	241
8.1.2 Évaluation de l'influence des systèmes d'adjuvants .....	242



8.1.3 Évaluation de la réponse des caractéristiques du réseau de bulles d'air dans les bétons fluides .....	243
8.1.4 Évaluation de l'influence des alcalis .....	245
8.1.5 Évaluation du modèle numérique et des facteurs d'influence.....	246
8.2 Perspectives .....	247
<b>ANNEXE A</b> : Effet de la teneur en alcalis sur la stabilité du réseau de bulles d'air dans les mélanges de mortier fluide .....	249
<b>ANNEXE B</b> : Compilation des résultats supplémentaires .....	269
<b>ANNEXE C</b> : Propriétés géométriques d'une bulle d'air .....	272
<b>ANNEXE D</b> : Détermination du seuil minimal de la tension de surface influencé par l'AEA .....	273
<b>ANNEXE E</b> : Code numérique (Matlab) .....	274
<b>ANNEXE F</b> : Répartition du volume d'air à l'intérieur d'un cylindre de béton.....	275
<b>ANNEXE G</b> : Propriétés des bulles d'air avant et après coalescence.....	279

# LISTE DES FIGURES

Figure 1.1. Influence de la fluidité du BAP sur le facteur d'espacement.....	2
Figure 1.2. Influence de la porosité sur la forme des bulles d'air .....	3
Figure 1.3. Désordres constatés sur les surfaces décoffrées.....	3
Figure 1.4. Organisation et démarche suivies dans le choix et l'analyse des paramètres d'influence étudiés .....	10
Figure 2. 1. Bulles d'air générées par l'entraînement de l'air dans le béton.....	13
Figure 2. 2. Influence des surfactants sur la tension superficielle de l'eau .....	14
Figure 2. 3. Mode d'action des surfactants.....	14
Figure 2. 4. Mode d'action hydrophobique .....	15
Figure 2. 5. Mode d'adsorption .....	16
Figure 2. 6. Équilibre dans une bulle d'air entre TS et pression .....	17
Figure 2. 7. Méthode de la goutte pendante .....	18
Figure 2. 8. Méthode de Stalagmométrie .....	20
Figure 2. 9. Méthode de la pression de bulle maximale .....	21
Figure 2. 10. Mesure de la tension de surface avec la méthode d'arrachement .....	22
Figure 2. 11. Mesure de la tension de surface avec la méthode capillaire .....	23
Figure 2. 12. Nature du film interfacial .....	24
Figure 2. 13. Bulles d'air entraînées vs entrappées .....	26
Figure 2. 14. Comportement des bulles dans une matrice cimentaire.....	27
Figure 2. 15. Variabilité du comportement des bulles d'air sous pression.....	27
Figure 2. 16. Autorégénération de l'enveloppe extérieure des bulles d'air.....	28
Figure 2. 17. Surface extérieure de la coquille d'une bulle d'air .....	29
Figure 2. 18. Spectrum de la surface extérieure de l'enveloppe d'une bulle d'air.....	29
Figure 2. 19. Enveloppe extérieure d'une bulle d'air prise avec le MEB .....	30
Figure 2. 20. Relation entre la durabilité et le facteur d'espacement .....	32
Figure 2. 21. Influence de la taille des bulles et des gros granulats sur la stabilité du RBA.....	33
Figure 2. 22. Fraction efficace des bulles d'air utiles.....	35
Figure 2. 23. Facteur d'espacement en fonction de la teneur en air du béton frais .....	36
Figure 2. 24. Présentation schématique du facteur d'espacement.....	36

Figure 2. 25. Influence de la teneur en ciment sur la teneur en air.....	37
Figure 2. 26. Influence du carbone contenu dans les CV sur la teneur en air .....	40
Figure 2. 27. Schématisation du mode d'action des superplastifiants.....	42
Figure 2. 28. Mécanismes d'action des VMA .....	43
Figure 2. 29. Influence du squelette granulaire selon la grosseur des bulles d'air .....	44
Figure 2. 30. Influence du squelette granulaire sur la teneur en air .....	44
Figure 2. 31. Impact de la durée de la vibration sur la teneur en air .....	49
Figure 2. 32. Influence des opérations de pompage sur les bulles d'air .....	50
Figure 2. 33. Les différentes configurations d'une pompe à béton .....	51
Figure 2. 34. Effet du $\bar{L}$ lors de la pressurisation-dépressurisation sur les bulles d'air .....	52
Figure 2. 35. Influence de la teneur en air sur la résistance à la compression du béton.....	53
Figure 2. 36. Influence des bulles d'air sur la rhéologie du béton .....	54
Figure 2. 37. Rôle et influence des bulles d'air .....	55
Figure 2. 38. Écaillage du béton sous l'effet des cycles de gel-dégel .....	56
Figure 2. 39. Principaux modèles descriptifs des mécanismes d'action du gel-dégel et de l'écaillage .....	57
Figure 2. 40. Forces d'influence lors de l'expulsion des bulles .....	58
Figure 2. 41. Dissolution des bulles (équilibre des forces) .....	61
Figure 2. 42. Relation entre la pression interne d'une bulle et la solubilité de son air en fonction de son diamètre à 20°C .....	62
Figure 2. 43. Mécanisme de coalescence .....	63
Figure 2. 44. Influence du rapport $We/W_{cr}$ sur la coalescence.....	65
Figure 2. 45. Réarrangement moléculaire pour permettre la fusion .....	65
Figure 2. 46. Oscillation lors du contact de type pointe-pointe.....	66
Figure 2. 47. Différents plans de convergence et de coalescence .....	67
Figure 2. 48. Contacts extrémité-extrémité lors de la coalescence de plusieurs bulles.....	67
Figure 2. 49. Régime d'écoulement des fluides expérimenté sur un cylindre.....	70
Figure 2. 50. Ensemble des forces agissant sur une bulle .....	71
Figure 2. 51. Effet de la viscosité à l'échelle élémentaire .....	76
Figure 2. 52. Effet volumique et force de cisaillement (viscosité).....	76
Figure 2. 53. Forces agissant sur une particule de fluide en mouvement.....	77
Figure 2. 54. Convectivité de l'accélération dépendante du temps .....	78
Figure 2. 55. Contrainte et viscosité en fonction du taux de cisaillement.....	79

Figure 2. 56. Les différents comportements de fluides .....	80
Figure 3. 1. Principales phases du projet .....	91
Figure 3. 2. AVA-3000 .....	96
Figure 3. 3. Exemple des résultats recueillis avec l'AVA-3000 .....	97
Figure 3. 4. Équilibre des pressions dans les deux chambres du SAM .....	98
Figure 3. 5. Les différentes étapes d'une pressurisation séquentielle (SAM) .....	99
Figure 3. 6. Variations volumiques avant/après la pressurisation .....	100
Figure 3. 7. Effet du $\bar{L}$ lors de la pressurisation-dépressurisation sur les bulles d'air .....	103
Figure 3. 8. Méthode ASTM C457-A .....	104
Figure 3. 9. Méthode RapidAir 457 .....	106
Figure 3. 10. Analyse par segmentation d'image .....	106
Figure 3. 11. Mode statique .....	107
Figure 3. 12. Tribomètre développé à l'Université de Sherbrooke .....	108
Figure 3. 13. Couches formées avec le tribomètre .....	109
Figure 3. 14. Emplacement des échantillons pour l'essai AVA-3000 .....	110
Figure 3. 15. Simulation de l'écoulement d'un fluide avec la méthode VOF .....	111
Figure 3. 16. Balayage directionnel alterné selon la méthode SLIC .....	112
Figure 3. 17. Principe de transfère donneur-récepteur .....	113
Figure 3. 18. Reconstruction du taux d'occupation des cellules maillées par le fluide .....	115
Figure 3. 19. Pondération de la pression dans les zones d'interface .....	117
Figure 4. 1. Schematic of the modelled tribometer .....	124
Figure 4. 2. (a) Horizontal (2D) and (b) 3D illustration of the simulated fraction of tribometer set-up, solid particles, air bubbles, and discretizing meshes .....	127
Figure 4. 3. Boundary conditions and shearing zones: (a) Dirichlet-Neumann boundary conditions, (b) in flow and out flow boundary condition, (c) horizontal ( $r-\theta$ ) position of the selected shearing zones, (d) 3D position of the selected shear zones, sample of simulation suspension in (e) $Z_1$ and $Z_{1-1}$ , (f) $Z_2$ and $Z_{2-1}$ , (g) $Z_3$ and $Z_{3-1}$ , and (h) $Z_4$ and $Z_{4-1}$ shearing zones .....	128
Figure 4. 4. Flow velocity magnitudes in different shearing zones $Z_1$ - $Z_4$ . Surface tension of 36 mN/m. (a) static shear mode and different plastic viscosity values of 5, 10, and 30 Pa.s, and under dynamic shear mode for plastic viscosity values of (b) 5, (c) 10, and (d) 30 Pa.s .....	133
Figure 4. 5. Flow shear rate magnitudes in different shearing zones $Z_1$ - $Z_4$ . Surface tension 36 mN/m, static shear mode and different plastic viscosity values of (a) 5, (b) 10, and (c) 30 Pa.s, and dynamic shear mode and plastic viscosity of (d) 5, (e) 10, and (f) 30 Pa.s ...	134

- Figure 4. 6. Flow pressure magnitudes in different shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$ . Surface tension 36 mN/m, static shear mode, and different plastic viscosity values of (a) 5, (b) 10, and (c) 30 Pa.s , dynamic shear mode and plastic viscosity of (d) 5, (e) 10, and (f) 30 Pa.s..... 135
- Figure 4. 7. Flow velocity magnitudes in different shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$ . Plastic viscosity of 5 Pa.s. (a) static shear mode and different surface tension values of 5, 36 and 73 mN/m, and dynamic shear mode for surface tension values of (b) 5, (c) 36, and (d) 73 mN/m 137
- Figure 4. 8. Flow shear rate magnitudes in different shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$ . Plastic viscosity of 5 Pa.s, static shear mode and different surface tension values (a) 5, (b) 36, and (c) 73 mN/m , and dynamic shear mode and surface tension values of (d) 5, (e) 36, and (f) 73 mN/m ..... 138
- Figure 4. 9. Flow pressure magnitudes in different shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$ . Plastic viscosity of 5 Pa.s, static shear mode and different surface tension values (a) 5, (b) 36, and (c) 73 mN/m, and dynamic shear mode and surface tension values of (d) 5, (e) 36, and (f) 73 mN/m ..... 139
- Figure 4. 10. Flow performance characteristics of the investigated suspensions under static shear mode in multiphases shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$  versus those obtained at single fluid zones of  $Z_{1-1}$ - $Z_{4-1}$ : (a) flow pressure, and (b) shear rate magnitudes ..... 140
- Figure 4. 11. Flow performance characteristics of the investigated suspensions under dynamic shear mode in multiphase shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$  versus those obtained at single fluid zones of  $Z_{1-1}$ - $Z_{4-1}$ : (a) flow pressure, (b) shear rate, and (c) velocity magnitudes ..... 141
- Figure 4. 12. (a) Horizontal (r- $\theta$ ) position of the selected shearing zones, (b) 3D position of the selected horizontal plane, (c) cartesian versus cylindrical coordinates, and (d) schematics of the selected vertical planes at boundaries of the shearing zones ..... 143
- Figure 4. 13. Postprocessing snapshot of the selected horizontal plane (XY plane at  $Z = 5.375$  mm), taken at (a)  $t = 0$  and (b)  $t = 0.06$  s and binary images of the postprocessing snapshot of the selected horizontal plane at (c)  $t = 0$  and (d)  $t = 0.06$  s. Postprocessing snapshot of the selected vertical plane at  $Z_4$  (YZ plane at  $r = 28.37$  mm), taken at (e)  $t = 0$  and (f)  $t = 0.06$  s and binary images of the postprocessing snapshot of the selected vertical plane at (g)  $t = 0$  and (h)  $t = 0.06$  s (Investigated air bubbles are in red (simulation D-ST36-V30))..... 144
- Figure 4. 14. Evaluation of (a) horizontal displacement, (b) vertical displacement, and (c) elongation and orientation of the investigated air bubbles..... 145
- Figure 4. 15. Variation of (a) horizontal displacement and (b) elongation of 2 mm diameter air-bubbles in XY plan and different shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$  with the plastic viscosity of suspending fluid ..... 147
- Figure 4. 16. Variation of (a) vertical displacement and (b) elongation of 2-mm diameter air bubbles at the top layer of selected vertical planes and different shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$  under static (S) and dynamic (D) shear modes with the plastic viscosity of suspending fluid ..... 147
- Figure 4. 17. Variation of (a) vertical flow velocity vectors and contours around a 2-mm air-bubbles located at the top layer of zone  $Z_1$  for D-ST73-V5 simulation, (b) vertical rising velocity of 2-mm diameter air-bubbles in the selected vertical plane and different

shearing zones of $Z_1$ and $Z_4$ under static (S) and dynamic (D) shear modes with the plastic viscosity of suspending fluid .....	149
Figure 4. 18. Variation of (a) horizontal displacement and (b) elongation of 2-mm diameter air-bubbles in the selected horizontal plane and different shearing zones ( $Z_1$ to $Z_4$ ) with surface tension of the suspending fluid.....	150
Figure 4. 19. Variation of (a) vertical displacement, (b) elongation, and (c) vertical rising velocity of 2-mm diameter air-bubbles located at the top layer of selected vertical plane and different shearing zones $Z_1$ and $Z_4$ under static and dynamic shear modes with the surface tension of the suspending fluid.....	151
Figure 4. 20. Variation of horizontal (a) displacement, (b) elongation, (c) orientation angle, and vertical (d) displacement, (e) elongation, (f) orientation angle, and (g) vertical rising velocity of 2-mm diameter air-bubbles with results obtained with 1-mm diameter air-bubbles located at top and bottom layers of the zone $Z_4$ under static (S) and dynamic (D) shear modes .....	153
Figure 4. 21. Variation of vertical (a) displacement, (b) elongation, (c) orientation angles, and (d) vertical rising velocity of 1- and 2-mm diameters air-bubbles located at the top layer of selected vertical plane in zone $Z_4$ with those located in the bottom layers under static and dynamic shear modes .....	155
Figure 5. 1. Sample of concrete under at static mode (i.e. at rest) .....	171
Figure 5. 2. Layers formed in the tribometer test .....	172
Figure 5. 3. Identification of sampling locations A, B, and C for the AVA-3000 measurements.....	172
Figure 5. 4. Comparison of concrete behavior between low and high viscosity .....	173
Figure 5. 5. Effect of control factors on average S/N ratios for the investigated properties ...	178
Figure 5. 6. Influence of viscosity and shear regime on air contents .....	181
Figure 5. 7. Influence of viscosity on spacing factor.....	182
Figure 5. 8. Influence of viscosity and shear modes on the effective air fraction.....	183
Figure 6. 1. Sampling location for the AVA-3000 measurements .....	196
Figure 6. 2. Tribometry test before and after shearing .....	199
Figure 6. 3. HRWR and AEA demand for the investigated SCC mixtures.....	200
Figure 6. 4. Variation of the initial air content of the investigated SCC mixtures ( $t = 0$ min) .....	200
Figure 6. 5. Effect of admixture combinations and shear regime on the air content loss .....	203
Figure 6. 6. Effect of admixture combinations and shear regime on the spacing factor .....	203
Figure 6. 7. Effect of admixture combinations and shear regime on the specific surface of air-bubbles .....	204
Figure 6. 8. Effect of admixture combinations and shear regime on the specific surface of air-bubbles .....	205

Figure 6. 9. Correlation between spacing factors obtained with AVA and SAM number .....	206
Figure 7. 1. SCC samples at static mode used to evaluate the evolution of air bubbles .....	218
Figure 7. 2. Air content of the investigated SCC mixtures at different times after mixing ....	221
Figure 7. 3. Distribution of the air bubbles determined using the AVA method (0 min) .....	221
Figure 7. 4. Correlation between fresh and hardened air content of SCC mixtures .....	224
Figure 7. 5. Variation of spacing factor of the investigated SCC mixtures immediately after mixing .....	225
Figure 7. 6. Variation of specific surface of SCC mixtures sampled (0 min) .....	226
Figure 7. 7. Variation of the spacing factor of the investigated SCC mixtures .....	229
Figure 7. 8. Distribution of the size of air-bubbles of various SCC mixtures (0 min) .....	230
Figure 7. 9. Correlation of air bubbles $A_{300}$ between fresh (0 min) and hardened state .....	232
Figure 7. 10. Influence of paste/sand ratio (P/S) on the air content of mortar mixtures .....	232
Figure 7. 11. Distribution of the air bubbles in mortar mixtures .....	233
Figure 7. 12. Variation in the air contents of the mortar mixtures .....	234
Figure 7. 13. Comparison between all test methods, a) air content and b) spacing factor .....	235

# LISTE DES TABLEAUX

Table 1. 1. Méthodes d'essais employées dans la phase expérimentale .....	7
Table 2. 1. Facteur d'espacement de quelques formulations soumises aux cycles de gel-dégel .....	34
Table 2. 2. Contraintes générées par le gel à l'intérieur du béton .....	55
Table 2. 3. Modèles employés pour les mélanges cimentaires.....	79
Table 3. 1. Formulations typiques des BAP étudiés.....	94
Table 3. 2. Étapes et variables utilisées par la méthode SAM.....	98
Table 3. 3. Influence du nombre SAM sur le facteur d'espacement et la surface spécifique .....	102
Table 4. 1. Characteristics of the suspending fluid and shear modes .....	125
Table 4. 2. Identification of the modeled areas .....	127
Table 5. 1. Facteurs investigués et niveaux correspondant .....	169
Table 5. 2. $L_{18}$ ( $2^1 \times 3^2$ ) Taguchi orthogonal array of experiments .....	169
Table 5. 3. Mixture proportioning of the SCC prepared to run the $L_{18}$ Taguchi array.....	174
Table 5. 4. Air contents results of the investigated SCC mixtures (ASTM C231) .....	175
Table 5. 5. Characteristics of air-void system of the investigated SCC mixtures (AVA-3000) .....	176
Table 5. 6. Results of experiments and calculated S/N ratios .....	177
Table 5. 7. The S/N values for the $\Delta$ air content, spacing factor, and A300 modeled properties .....	177
Table 5. 8. Results of ANOVA for $\Delta$ air content, spacing factor and A300 .....	179
Table 6. 1. Mixture proportioning of the investigated SCC mixtures ( $w/b = 0.385$ ) and shear modes .....	195
Table 6. 2. Fresh properties and air contents of the investigated SCC mixtures.....	197
Table 6. 3. Characteristics of air-void system of the investigated SCC mixtures (AVA-3000) .....	198
Table 7. 1. Mixture proportion of SCC mixtures ( $w/b = 0.385$ ) .....	217
Table 7. 2. Mixture proportion of the investigated fluid-mortar mixtures ( $w/b = 0.385$ ) .....	219
Table 7. 3. Fresh properties and AVS characteristics of fresh mortar and SCC mixtures .....	220
Table 7. 4. Characteristics of the hardened AVS of SCC mixtures.....	220
Table 7. 5. Stability of the air content with time .....	228
Table 7. 6. Comparison between effective air fraction of fresh and hardened states.....	231



Table 7. 7. Total air content and spacing factor values of the investigated SCC mixtures .....	236
Table 7. 8. Statistical analysis of the air contents.....	237
Table 7. 9. Statistical analysis of spacing factor.....	237

# Chapitre 1 : Introduction

## 1.1 Problématique

Afin de préserver la pérennité des ouvrages en béton et améliorer leur durabilité, notamment lorsqu'ils sont exposés aux cycles de gel-dégel et à l'écaillage, l'utilisation des bétons à air entraînés devient indispensable. La formulation d'un béton à air entraîné est considérée comme étant un processus complexe et délicat, notamment dans le cas des bétons fluides tels que le béton autoplaçant (BAP, etc.). Plusieurs facteurs peuvent influencer la teneur en air du béton. Whiting et Nagi (1998) ont listé plus de 40 paramètres pouvant affecter le réseau d'air dans le béton. Ces paramètres d'influence sont généralement classés en 3 catégories : 1) ceux dus aux matériaux utilisés (type du liant, adjuvants, granulats, etc.), 2) facteurs liés à la rhéologie de la matrice cimentaire (viscosité, réponse pseudo-plastique, etc.), 3) facteurs externes (température, vibration, transport, pompage, etc.) [Lerch, 1960, Pigeon et Pleau, 1995; Aïtcin, 2003; Boulet, 1997; Gagné et Linger, 2007; Yang, 2012; Dénommé, 2014].

L'incorporation des agents-entraîneurs d'air (AEA) s'applique autant pour les bétons conventionnels que les bétons fluides. Ces derniers se distinguent principalement par leur grande fluidité (c.-à-d. rhéologie adaptée) où leur mise en place ne nécessite aucune vibration. Cette particularité cause de multiples problèmes, notamment en ce qui a trait à la stabilité du réseau des bulles d'air (RBA). La grande fluidité du BAP influence le comportement des bulles d'air et tend à leur faire perdre leur flottabilité, ce qui complique la préservation de leur suspension. En outre, cette fluidité favorise le libre déplacement des bulles d'air, et ce, même si le béton est au repos [Khayat et Assaad, 2002]. De plus, sous l'effet de l'agitation, Khayat et Assaad (2002) ont observé une augmentation fulgurante du nombre de bulles d'air fusionnées. Cette coalescence cause la formation de grosses bulles d'air, conduisant inévitablement, selon les principes et lois de la mécanique des fluides, à leur expulsion vers l'extérieur. Cette action réduit certainement le nombre de bulles d'air initialement formées dans le béton et cause

l'augmentation du facteur d'espacement (Figure 1.1), ce qui tend à mettre en péril la durabilité du béton [Shang et al., 2014].

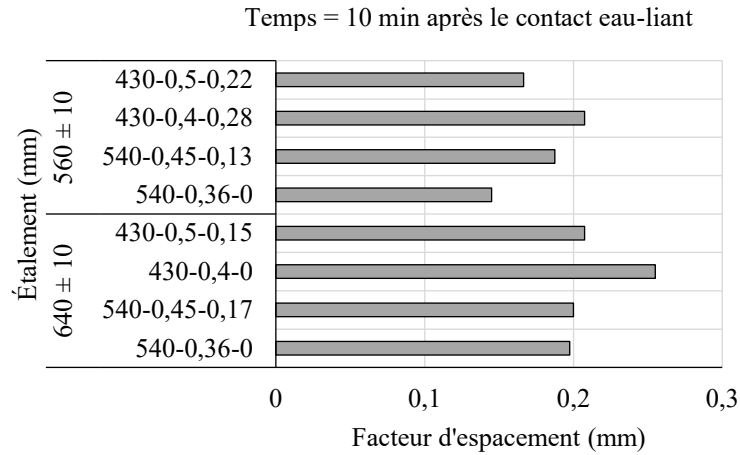


Figure 1.1. Influence de la fluidité du BAP sur le facteur d'espacement [Khayat et Assaad, 2002]

Par ailleurs, le squelette granulaire associé à la grande fluidité du béton tendent à influencer l'empilement des granulats. L'augmentation de la compactibilité de l'ensemble des constituants tend à générer une augmentation substantielle du volume de pâte en excès. L'imbrication granulaire tend à réduire les vides intergranulaires et, du même fait, contribue à augmenter la compacité du béton sous l'effet de sa masse volumique (Figure 1.2). La pâte en excès, quant à elle, tend à combler tous les vides présents dans la matrice cimentaire, restreignant par cet effet les espaces (porosité) nécessaires à la formation et la persistance des bulles d'air. Par conséquent, dépendamment de leur situation et emplacement, les bulles d'air se voient subir, à la fois compression, écrasement, cisaillement et déformation, notamment lorsque le béton est employé dans le bétonnage d'éléments élancés [Szwabowski et Łażniewska, 2009].

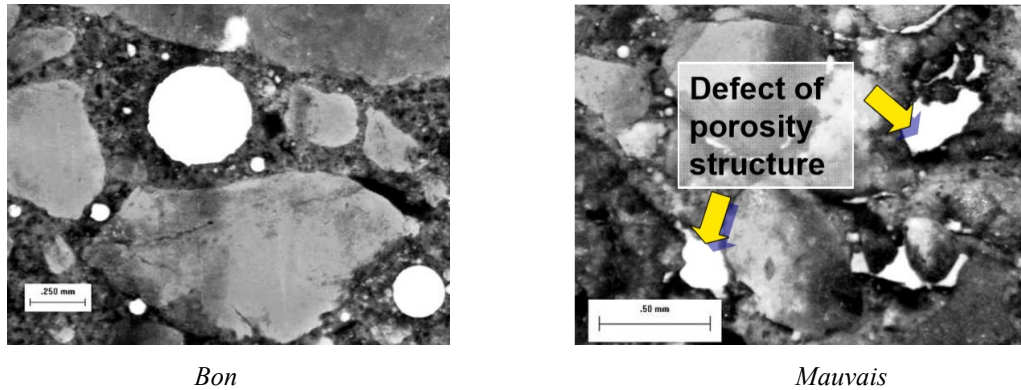
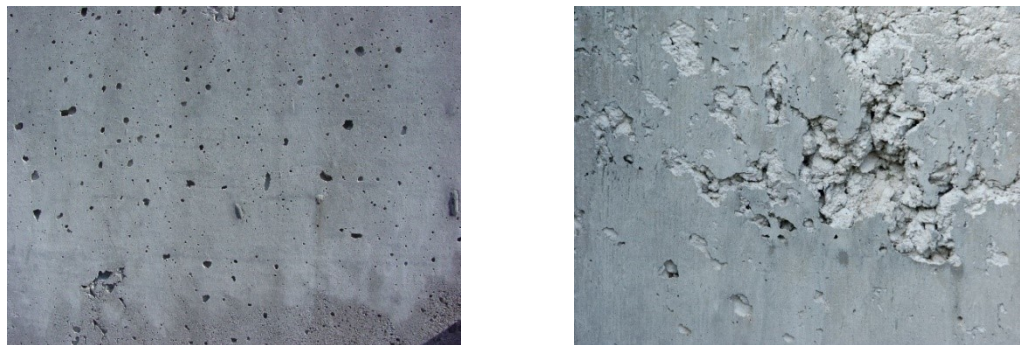


Figure 1.2. Influence de la porosité sur la forme des bulles d'air [Szwabowski et Łażniewska, 2009]

L'état et la qualité du fini des surfaces coffrées représentent également des paramètres essentiels dont il faut tenir compte. Le phénomène connu sous le nom de bullage se produit lorsque les bulles d'air tendent à se coller aux parois des coffrages une fois déstabilisées. Indépendamment de leur grosseur, les bulles d'air se voient emprisonnées dans cet état sous l'action des pressions hydrostatiques, l'effet d'antiglisement des parois de coffrage et la présence des constituants affectent leur ascension. Cet emprisonnement, s'il n'est pas éliminé par la vibration, laisse apparaître sur les surfaces décoffrées des petites cavités qui épousent la forme des bulles d'air. Dans des cas extrêmes, celles-ci peuvent causer la formation de nids d'abeilles, qui nécessitent parfois des réparations en profondeur (Figure 1.3) [Martin, 2007].



Bullage (bulles d'air  $\leq 15$  mm)

Nid d'abeilles (bulles d'air/vide ou cavité  $\geq 15$  mm)

Figure 1.3. Désordres constatés sur les surfaces décoffrées

Cette variabilité du RBA, constatée dans le cas des BAP, nous pousse à poser plusieurs questions, à savoir :

- Qu'arrive-t-il aux bulles d'air pour qu'elles perdent leur flottabilité?
- Quelles sont les interactions prédominantes causant l'instabilité du RBA (teneur en air, dimension des bulles d'air, etc.)?
- Lors de la transition de l'état frais vers l'état durci, le RBA reste-t-il le même ou subit-il des changements? Quelles sont ces variations? Existe-t-il une corrélation entre les deux?
- Quel est le degré d'influence du mode dynamique (cisaillement) sur la qualité du RBA comparativement au mode stationnaire? Peut-on le quantifier?
- Quelle est l'influence du facteur temps, d'un béton soumis aux modes statique et semi-statique, sur la stabilité du RBA?
- Quelles sont les fractions (taille des bulles d'air) les plus affectées par ces différents modes de cisaillement (statique, semi-statique et dynamique) et à quelles proportions?
- Quel est l'effet de la rhéologie, de la tension de surface et du cisaillement sur la stabilité du RBA? Peut-on modéliser numériquement leurs effets?
- Peut-on simuler numériquement le comportement des bulles d'air dans différents milieux, et sous l'influence de plusieurs paramètres?

Enfin, pour répondre à ces nombreuses questions soulevées, il est important de comprendre le comportement des bulles d'air et leurs interactions à l'intérieur du béton frais. Cette étude offre une nouvelle approche permettant de quantifier et de suivre la variation du RBA dans le temps, et ce, pour différents types de bétons (différents systèmes d'adjuvants et diverses viscosités), soumis à différentes sollicitations (c.-à-d. divers modes de cisaillement; statique, semi-statique et dynamique).

## **1.2 Objectifs de l'étude**

La présente étude est menée dans le but d'approfondir et d'améliorer les connaissances, notamment en ce qui a trait aux différents facteurs influençant la stabilité du RBA dans les bétons fluides. Il s'agit notamment de comprendre le comportement des bulles d'air sous l'effet de différentes contraintes que ces microbulles peuvent subir à l'intérieur du béton frais et qui

causent, selon le cas, leur dissolution, coalescence et/ou expulsion. À cet effet, nous avons simulé numériquement le comportement des bulles d'air dans différentes situations afin de ressortir les principaux paramètres d'influence (Fig. 1.4), à partir desquels nous avons procédé expérimentalement à l'évaluation de leur effet sur la stabilité du RBA. Par conséquent, l'étude expérimentale est portée principalement sur l'influence de la rhéologie du béton, celle des systèmes d'adjuvants et leurs mécanismes d'action sur le volume (quantité) et la qualité des bulles d'air initialement formées, l'évolution de leur comportement dans le temps, la stabilité et la flottabilité des bulles d'air, ainsi que leurs influences sur les caractéristiques du RBA ainsi que sur sa stabilité (teneur en air, facteur d'espacement, surface spécifique et fraction d'air efficace). Les objectifs spécifiques de cette étude sont indiqués ci-dessous :

- ✓ Simuler numériquement le comportement des bulles d'air dans différentes situations (viscosité faible à élevée, tension de surface faible à élevée, modes de cisaillement statique et dynamique, etc.)
- ✓ Étudier l'influence de la rhéologie (viscosité) sur la stabilité du RBA
- ✓ Déterminer l'influence de la variation des systèmes d'adjuvants (SP-AEA-AV) sur la stabilité du RBA
- ✓ Analyser l'effet de différents modes de cisaillement (statique, semi-statique et dynamique) sur la stabilité du RBA
- ✓ Évaluer la performance de plusieurs méthodes d'essais utilisées dans la détermination des caractéristiques du RBA (EN-413, ASTM C185, ASTM C231, AVA-3000, SAM et ASTM C457 Procédures A, B et C)
- ✓ Étudier l'influence de la compacité granulaire sur la stabilité du RBA
- ✓ Analyser l'influence du rapport pâte/sable sur la stabilité du RBA
- ✓ Déterminer l'influence des alcalis contenus dans le ciment sur la stabilité du RBA

Pour atteindre ces objectifs, l'étude sera réalisée en 6 phases complémentaires (voir le chapitre 3), listées comme suit :

- Phase 1 :      Revue bibliographique  
                    Optimisation de différentes classes de BAP à air entraîné

- Phase 2 : Simulation numérique du comportement du RBA sous l'effet de plusieurs facteurs (viscosité, granulats, tension de surface et modes de cisaillement)
- Phase 3 : Influence de la rhéologie, sous l'effet de différents modes de cisaillement, sur la stabilité du RBA
- Phase 4 : Influence des systèmes d'adjuvants, sous l'effet de différents modes de cisaillement, sur la stabilité du RBA
- Phase 5 : Évaluation comparative de différentes méthodes d'essais utilisées pour déterminer les différentes caractéristiques du RBA  
Influence de la compacité granulaire sur la stabilité du RBA  
Influence du rapport pâte/sable sur la stabilité du RBA
- Phase 6 : Influence des alcalis contenus dans le ciment sur la stabilité du RBA  
(Annexe A)

### 1.3 Originalité

L'ensemble des approches traitant la stabilité du RBA dans la matrice cimentaire présentées à ce jour semblent exprimer des résultats partiels. Ceci est essentiellement dû aux types d'équipements employés pour quantifier le réseau d'air, proposant généralement une analyse globale sans, par exemple, donner aucune indication sur les caractéristiques des bulles d'air entre les deux états frais et durci. De plus, pour les études expérimentales réalisées sur le béton, la littérature ne fait aucune mention de l'influence des paramètres étudiés sur les caractéristiques du RBA, notamment le facteur d'espacement, la surface spécifique et la fraction d'air efficace. Ces études se limitent généralement à l'étude de la teneur en air totale, sans se soucier de la distribution des bulles d'air. De plus, les modèles numériques simulant le comportement des bulles d'air dans le béton sont, la plupart du temps, réalisés sans tenir compte de la présence des granulats. Sachant que le squelette granulaire influence l'écoulement du fluide et la stabilité du RBA, il représente par cet effet un paramètre critique à considérer dans les simulations numériques. Par ailleurs, plusieurs facteurs sont souvent négligés ou peu étudiés, notamment dans le cas du béton, alors que leurs influences sur le comportement des bulles d'air sont souvent majeures. On peut citer notamment la rhéologie (viscosité), les modes de cisaillement, la tension de surface et les phases mineures (alcalis) entrant dans la composition du ciment.

L'étude que nous proposons est globale et comporte deux volets, un premier entièrement expérimental et un deuxième consacré à la modélisation numérique. Ces volets sont à leur tour décortiqués en plusieurs phases. L'investigation, aussi bien expérimentale que numérique, tend à cerner parallèlement les principaux facteurs affectant la stabilité du RBA, à savoir les paramètres de formulation (type de liant, teneur en alcalis, squelette granulaire), les systèmes d'adjuvants (PC, PNS, AEA et VMA), la rhéologie (viscosité), les modes de cisaillement et la tension de surface (Fig. 1.4). Une analyse intégrale est réalisée afin de permettre de balayer un large champ de paramètres influençant les caractéristiques du RBA.

Les principaux essais employés pour déterminer les caractéristiques essentielles du RBA (teneur en air « A% », facteur d'espacement «  $\bar{L}$  », surface spécifique «  $\alpha$  » et fraction d'air efficace «  $A_{300}$  ») et l'évaluation de l'influence de différents facteurs sur sa stabilité sont présentés dans le Tableau 1.1.

Table 1. 1. Méthodes d'essais employées dans la phase expérimentale

Essai			État frais	État durci	Mortier	BAP
EN-413		Mini air-mètre	✓		✓	
ASTM C185		Masse volumique	✓		✓	
ASTM C231		Méthode pressiométrique	✓			✓
ASTM C457	Procédure A	Balayage linéaire au microscope		✓		✓
	Procédure B	RapidAir 457		✓		✓
	Procédure C	Analyse par traitement d'image		✓		✓
SAM		Super air-mètre <i>Méthode séquentielle 14,5-45 PSI</i>	✓			✓
AVA-3000		Air Void Analyzer	✓		✓	✓

## 1.4 Organisation de la thèse

Cette thèse est composée de huit chapitres présentés comme suit :

- **Le premier chapitre** : met en évidence la problématique de la recherche et la pertinence de cette étude, tout en détaillant les objectifs, l'originalité et l'organisation de cette thèse. La Figure 1.4 présente l'organisation et la démarche suivie dans l'identification des principaux paramètres étudiés.



- **Le deuxième chapitre :** traite de l'état des connaissances sur le comportement des bulles d'air dans les matrices cimentaires contenant des AEA utilisés pour le contrôle de la teneur en air des bétons. Les différents paramètres influençant le RBA, la performance des AEA, l'effet de la rhéologie sur la qualité du RBA des BAP, l'impact du RBA sur les propriétés et performances mécaniques des BAP sont présentés. De plus, une revue des modèles théoriques utilisés pour simuler le comportement des bulles d'air est également présentée.
- **Le troisième chapitre :** Traite de la méthodologie suivie pour répondre à chacun des objectifs de cette étude. Il est question de détailler le programme expérimental (formulations des mélanges, séquence de malaxage, modes de cisaillement, descriptif sommaire avec principe de fonctionnement de chacune des méthodes d'essais utilisés pour déterminer les caractéristiques du RBA, leur mode d'emploi et leur normalisation, etc.) et numérique (présentation du logiciel FLOW3D® et du principe de la méthode VOF).
- **Le quatrième chapitre :** Porte sur l'analyse par simulation numérique de l'influence du comportement rhéologique (faible à élevée), de la tension superficielle (faible à élevée) et des modes de cisaillement (statique et dynamique) sur la stabilité du RBA.
- **Le cinquième chapitre :** Traite de l'influence de la rhéologie (faible, modérée et élevée), sous l'influence de plusieurs modes de cisaillement (statique, semi-statique et dynamique), sur la stabilité du RBA ( $A\%$ ,  $\bar{L}$ ,  $\alpha$  et  $A_{300}$ ). Une nouvelle approche employant la méthode Taguchi est discutée.
- **Le sixième chapitre :** Traite de l'influence de différents systèmes d'adjuvants, sous l'influence de plusieurs modes de cisaillement (statique, semi-statique et dynamique), sur la stabilité du RBA ( $A\%$ ,  $\bar{L}$ ,  $\alpha$  et  $A_{300}$ ).
- **Le septième chapitre :** Porte sur une évaluation statistique comparative faite entre les différentes méthodes d'essais utilisées pour évaluer les caractéristiques du RBA. Ressortir les avantages et les inconvénients de chacune des méthodes tout en se référant aux résultats obtenus comparés à ceux trouvés dans la littérature. Déterminer s'il existe une relation concernant la teneur en air, le facteur d'espacement, la surface spécifique et

A<sub>300</sub> entre les états frais et durci. L'influence de la compacité granulaire (lâche à dense) et du ratio pâte/sable sur la stabilité du RBA sera également évaluée.

- **Le huitième chapitre :** Dans ce chapitre nous récapitulons l'ensemble des résultats obtenus en une conclusion générale et des perspectives pour des avenues de recherches futures.

Les chapitres 4, 5, 6 et 7 font référence aux articles scientifiques publiés et/ou soumis dans les journaux scientifiques de la façon suivante :

- **Le quatrième chapitre :** T. Fantous, M. Hosseinpour, A. Yahia, B. Selma (2019). *Numerical simulation of static and dynamic stability of air bubbles in highly flowable cement-based materials.*
- **Le cinquième chapitre :** T. Fantous et A. Yahia (2020). *Effect of viscosity and shear regime on the stability of air-void system in self-consolidating concrete using Taguchi method*
- **Le sixième chapitre :** T. Fantous et A. Yahia (2020). *Effect of HRWR-VMA-AEA combinations and shear on air-void characteristics in self-consolidating concrete*
- **Le septième chapitre :** T. Fantous et A. Yahia (2019). *Air-Void Characteristics in Highly Flowable Cement-Based materials.*
  
- **Annexe A :** T. Fantous, M. Hosseinpour, A. Yahia (2020). *Influence of alkalis contained in the cement on the stability of the air-void system.*
- **Annexe B :** Compilation des résultats supplémentaires
- **Annexe C :** Propriétés géométriques d'une bulle d'air.
- **Annexe D :** Détermination du seuil minimal de la tension de surface influencé par l'AEA.
- **Annexe E :** Développement d'un code numérique (Matlab), utilisé conjointement avec la norme ASTM C457-C (traitement d'image), dans la détermination des caractéristiques du RBA.
- **Annexe F :** Analyse statistique de la répartition de la teneur en air à l'intérieur d'un cylindre de béton en fonction des paramètres étudiés.

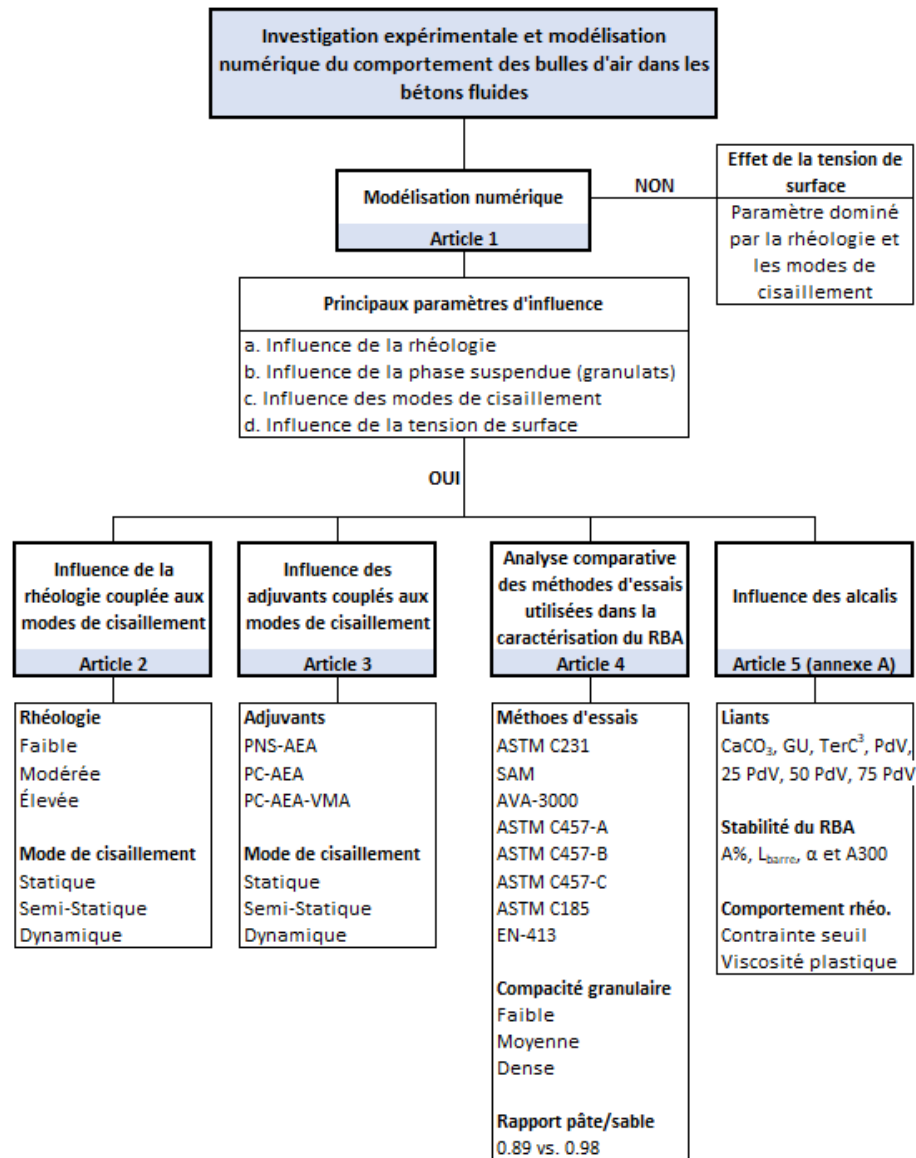


Figure 1.4. Organisation et démarche suivies dans le choix et l'analyse des paramètres d'influence étudiés

## 1.5 Références

Aïtecin P. C. (2003). Les liants hydrauliques : le ciment du béton, notes de cours GCI 710, Département de génie civil, Université de Sherbrooke. Canada

Boulet D. (1997). Influence du pompage sur les caractéristiques du réseau de bulles d'air du béton, Mémoire de maîtrise, Université Laval, Canada

Dénommé Y. (2014). Les adjuvants pour béton : 2ième partie : les agents entraîneurs d'air. Les midis de l'ABQ, Association béton Québec.

- Khayat K.H et Assaad J. (2002). Air-void stability in self-consolidating concrete. ACI Materials Journal. Title no. 99-M41
- Gagné, R. et Linger, L. (2007). La durabilité du béton, Deuxième édition, Presses de l'École des Ponts et Chaussées, J.P. Ollivier et A. Vichot Éditeurs, Chapitre 10 - La durabilité des bétons en ambiance hivernale rigoureuse, pp. 387-486.
- Lerch W. (1960). Basic principals of air-entrained concrete, T-101, Portland cement association
- Martin M., 2007. Étude de la texture de la surface coffrée des parements verticaux en béton, Thèse de doctorat, Université de Laval
- Pigeon M. et Pleau R. (1995). Durability of Concrete in Cold Climates, Chapitre 6, ISBN 0-203-86078-0
- Shang H-S., Cao W-G. et Wang B. (2014). Effect of Fast Freeze-Thaw Cycles on Mechanical Properties of Ordinary-Air-Entrained Concrete, Scientific World Journal 923032.
- Szwabowski J. et Łażniewska B. (2007). Air-entrainment problem in self-compacting concrete, Journal of Civil Engineering and Management, 15(2), 137-147
- Whiting D. A. et Nagi A. N. (1998). Manual on control of Air content in concrete
- Yang Q. (2012). Stability of air bubbles in fresh concrete, Mémoire de maîtrise, Programme Structural engineering and Building Performance Design, Suède

# Chapitre 2 : Revue bibliographique

## 2.1 Introduction

Ce chapitre vise à dresser un état des connaissances actuelles sur le comportement des bulles d'air dans les matrices cimentaires contenant des AEA conventionnels, utilisés pour le contrôle de la teneur en air des bétons. Il sera notamment question de présenter les différents paramètres influençant le RBA, la performance des AEA, l'effet de la rhéologie sur la qualité du RBA des BAP, l'impact du RBA sur les propriétés et performances mécaniques des BAP. De plus, une revue des modèles théoriques utilisés pour simuler le comportement des bulles d'air est sommairement discutée.

## 2.2 Réseau de bulles d'air

Le RBA dans le béton est composé de plusieurs microbulles d'air de différentes dimensions (Figure 2.1). Sa stabilisation, bien qu'elle soit une des propriétés essentielles pour la durabilité du béton, compte parmi les opérations les plus complexes et difficiles à réaliser. Ceci est dû notamment aux multiples facteurs qui tendent à affecter le RBA. L'existence d'un grand nombre de surfactants (résine de vinsol, sels d'acides gras, sulfonates d'oléfine, acide benzène dodécyl sulfonique, sulfates d'alkyl, diethanolamines, alcool ethoxylés, bétaïnes) entrant dans la composition des AEA et l'influence de plusieurs paramètres, tels que le liant cimentaire, le rapport E/C et l'incorporation de plusieurs autres adjuvants, ne permettent pas de préconiser un dosage forfaitaire. Ceux-ci rendent la stabilisation des bulles d'air et le maintien d'un RBA stable, à travers les gâchées, des opérations quasi impossibles [Gagné, 2000; Aïtcin, 2003; Dénomme, 2014].

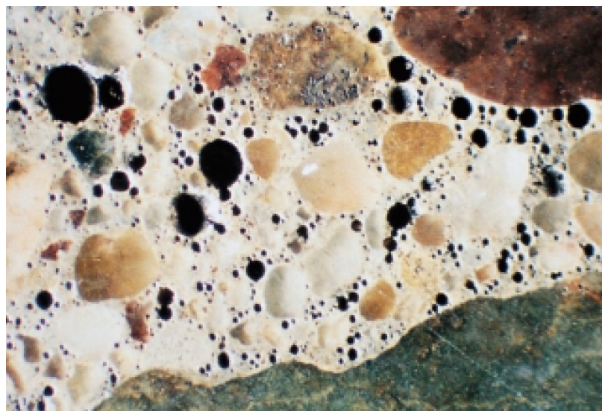


Figure 2. 1. Bulles d'air générées par l'entraînement de l'air dans le béton [Kosmatka et al., 2004]

### 2.2.1 Mécanisme d'action des AEA

Aussitôt que l'agent entraîneur d'air est ajouté au béton, il se déploie à l'intérieur de la solution aqueuse, actionnant ses propriétés surfactantes. Ses caractéristiques tensioactives lui procurent la capacité de stabiliser les bulles d'air piégées par l'opération de malaxage. Le mode opérationnel des AEA pourrait varier selon la nature et la composition chimique de chaque adjuvant. Parmi ceux-ci, nous citons notamment :

- Réduction de la tension de surface de l'eau;
- Formation de film insoluble généré par l'action hydrophobique;
- Adsorption sur les grains de ciment.

#### a. Mode d'action des surfactants

Les surfactants sont des agents de surface dits tensioactifs qui par leurs propriétés permettent de réduire, jusqu'à 30 % voire plus, la tension de surface de l'eau (Figure 2.2), initialement égale à 0,0728 N/m à 20 °C, et ce, pour permettre aux bulles d'air de se former [Pleau et Pigeon, 1995].

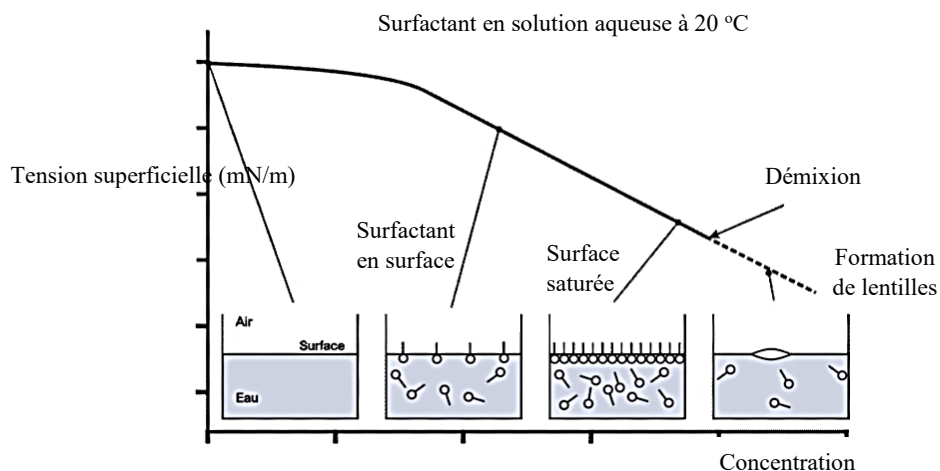
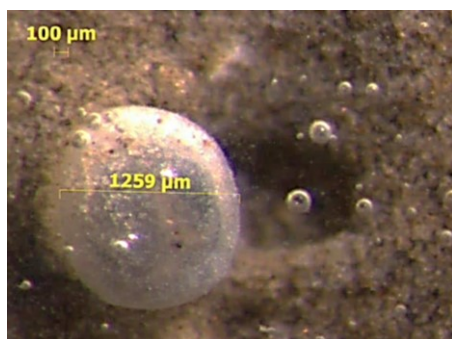
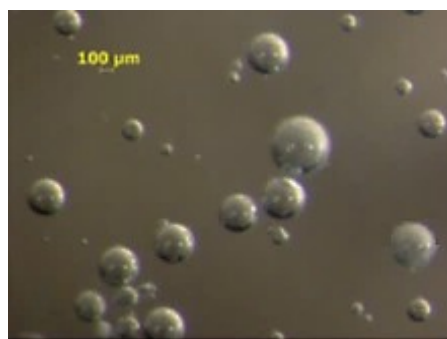


Figure 2. 2. Influence des surfactants sur la tension superficielle de l'eau [Dupin, 2008]

La réduction de la tension superficielle de l'eau permet non seulement de créer des bulles d'air de tailles variables, mais aussi de réduire l'énergie de malaxage, ce qui a pour effet de fractionner les grosses bulles d'air en une multitude de microbulles denses et petites, augmentant par le fait même leur surface spécifique qui est inversement proportionnelle au facteur d'espacement (Figure 2.3) [Gagné, 2000; Dénommé, 2014].



*Grosse bulle (mauvaise protection)*



*Petites bulles (bonne protection)*

Figure 2. 3. Mode d'action des surfactants [Tyler, 2011]

### b. Mode d'action hydrophobique

Les agents entraîneurs d'air sont composés chimiquement parlant de plusieurs molécules, chacune d'entre elles porte dans l'une de ses extrémités une tête polaire et dans l'autre une longue chaîne formant la queue. La solubilité de la tête dans l'eau ionisée lui procure la capacité

de porter généralement une charge négative. Au moment où la tête se positionne dans la phase aqueuse, la queue hydrophobe se place à l'interface air-liquide formant un film insoluble tout autour des bulles d'air empêchant l'eau de rentrer à l'intérieur de celles-ci, permettant, par le fait même, la formation et la stabilisation des bulles d'air (Figure 2.4) [Pigeon et Pleau, 1995; Du et Folliard, 2005; Gagné et Linger, 2008].

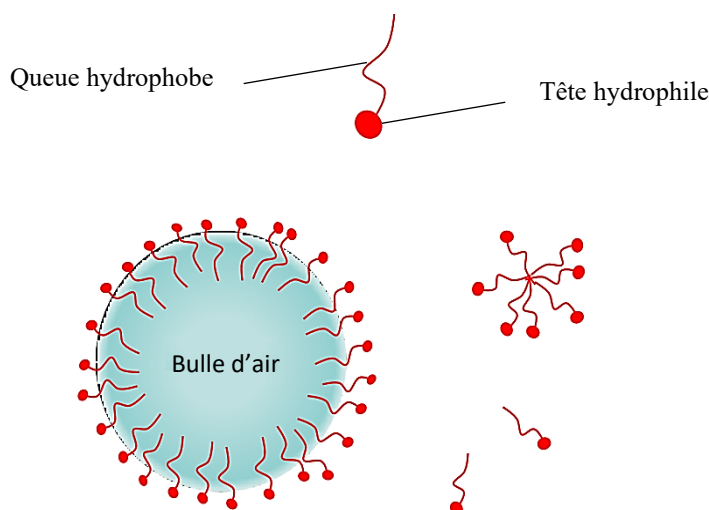


Figure 2. 4. Mode d'action hydrophobique [Pigeon et Pleau, 1995; Gagné, 2000; Dénomme, 2014]

### c. Mode d'adsorption

L'ionisation permet au ciment d'acquérir des charges positives dès sa mise en contact avec l'eau. Aussitôt que les molécules d'AEA négativement chargées sont incorporées dans le mélange, l'attraction électrostatique causée par le différentiel de charge permet aux molécules d'AEA de se fixer sur les grains de ciment (affinité) où les têtes portant une charge négative viennent s'adsorber sur les particules de ciment positivement chargées, tandis que les parties hydrophobes se positionnent dans la solution aqueuse et finissent par se lier aux bulles d'air empêchant ainsi leur fusion et/ou leur remontée vers l'extérieur (Figure 2.5) [Pigeon et Pleau, 1995; Gagné et Linger, 2008].



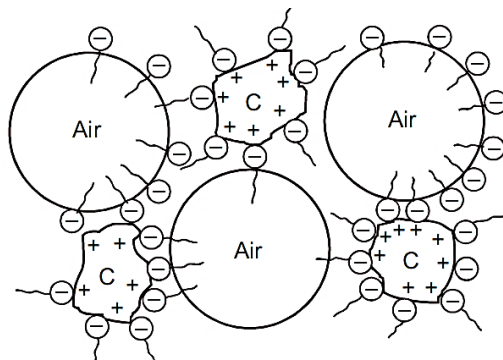


Figure 2. 5. Mode d'adsorption [Kreijger, 1967]

### 2.3 Tension superficielle des bulles d'air

La tension superficielle (TS) communément appelée *énergie de surface* «  $\sigma$  » est une propriété physico-chimique liée aux forces intermoléculaires qui relient les particules d'un fluide les unes aux autres. En termes d'énergie, la force de résistance opposante aux forces de pression est une mesure de la tension superficielle (Figure 2.6). La TS, par le moyen des forces attractives, ne tend pas seulement à renforcer les liens interparticules à la surface des bulles d'air pour empêcher leur rupture, mais tend également à s'opposer à leur dilatation, voire leur déformation, optimisant par le fait même leur stabilité dans la solution aqueuse [Le-Neindre, 1993].

Le principal paramètre qui peut influencer et faire varier la TS est la température, notamment lorsque le béton est acheminé, par temps chaud, sur de longues distances. De plus, dans le béton, bien que l'effet du pompage (pression) sur la TS ne soit pas claire, dû notamment à l'incompressibilité (volume constant) de ce type de matériau. Celui-ci (pompage) tant tout de même à influencer le comportement des bulles d'air. Dans un fluide autre que le béton, Lubetkin et Akhtar (1995) ont pu démontrer, sur des solutions composées d'eau, de dioxyde de carbone dissous et du cyclohexane en présence d'éthène dissous, l'effet de la pression sur la tension de surface de l'interface air-liquide où la TS tend à diminuer lorsque la pression augmente. Notons que l'influence du pompage sur le réseau de bulles d'air est discutée à la section 2.7.6.

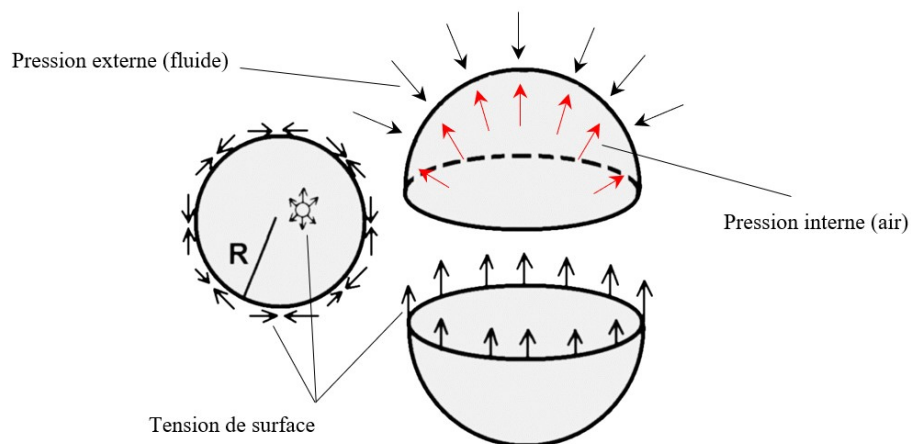


Figure 2. 6. Équilibre dans une bulle d'air entre TS et pression

### 2.3.1 Méthodes pour mesurer la TS

Il existe plusieurs procédés avec lesquels la tension superficielle peut être mesurée. Les principales méthodes utilisées sont :

- Méthode de la goutte pendante
- Méthode de la pression maximale à l'intérieur d'une bulle d'air
- Méthode par arrachement
- Méthode de la capillarité

#### a. Méthode de la goutte pendante

Également connue sous le nom de *la méthode du volume de la goutte*, elle est basée essentiellement sur la forme géométrique de la goutte obtenue avant arrachement. Celle-ci consiste à égoutter la solution aqueuse à partir d'une pipette à mesure. Ainsi, pour des raisons de précision une caméra ultrarapide pourrait être nécessaire. En outre, la mesure n'est prise que lorsque la géométrie de la goutte aurait atteint sa forme optimale. Autrement dit, la mesure ne peut s'effectuer que lorsqu'on obtient un équilibre parfait entre l'effet de la tension superficielle et celui de la force de gravité, soit tout juste avant que la goutte ne s'arrache et tombe (Figure 2.7). L'emploi de cette méthode pourrait nécessiter l'utilisation d'un logiciel de traitement d'image. De plus, l'erreur relative de la tension de surface pourrait être minimisée lorsque le

diamètre du capillaire est proche de celui du diamètre «  $d_e$  » [Le-Neindre, 1993; Dupin, 2008; Gassin, 2014]. Avec l'emploi des paramètres de forme, nous déterminons la tension superficielle avec l'équation suivante :

$$\sigma = \frac{(\rho_f - \rho_a) g d_e^2}{H} \quad (2.1)$$

Avec,  $S$  : paramètres de forme  $[= \frac{d_s}{d_e}]$

$H$  : paramètres de forme déterminé empiriquement/analytiquement  $[= \frac{\Delta \rho g d_e^2}{\sigma}]$

$g$  : accélération due à la pesanteur ( $\text{m/s}^2$ )

$\rho_f$  : masse volumique du fluide ( $\text{kg/m}^3$ )

$\rho_a$  : masse volumique de l'air ( $\text{kg/m}^3$ )

$d_e$  : diamètre équatorial (m)

$d_s$  : diamètre dans le plan horizontal localisé à la distance  $d_e$  de la base (m)

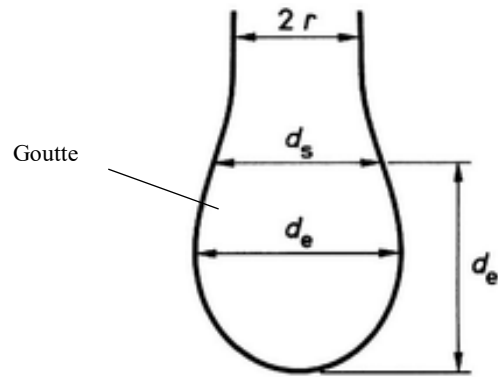


Figure 2. 7. Méthode de la goutte pendante [Le-Neindre, 1993]

Une deuxième méthode, communément appelée **Stalagmométrie**, pourrait également être utilisée. Celle-ci emploie le rapport des masses entre une solution dont la tension de surface est connue, comme c'est le cas de l'eau à une température donnée, et celle d'un mélange solution-surfactant dont nous voudrions identifier la tension de surface. Ainsi, la taille des gouttes formées est proportionnelle à la nature de la tension de surface. En outre, plus la TS est élevée, plus la taille des gouttes formées est grande. La comparaison doit se réaliser sur un même

volume [Simard, 2009]. De plus, afin de permettre une comparaison objective de la valeur de la TS entre deux types de surfactants, celle-ci doit s'effectuer sur la base d'un même dosage.

À l'équilibre, entre le poids d'une goutte (soit tout juste avant son détachement) et celui de la tension de surface, nous obtenons (Figure 2.8) :

$$m * g = 2 \pi R \sigma \quad (2.2)$$

$$\begin{cases} m_{réf} * g = 2 \pi R \sigma_{réf} \\ m_{inc} * g = 2 \pi R \sigma_{inc} \end{cases} \Rightarrow \sigma_{inc} = \frac{m_{inc} * \sigma_{réf}}{m_{réf}} \quad (2.3)$$

$$\begin{cases} V_1 = N_{réf} * v_{réf} \\ V_2 = N_{inc} * v_{inc} \end{cases} \quad \text{avec :} \quad \begin{cases} v_{réf} = \frac{m_{réf}}{\rho_{réf}} \\ v_{inc} = \frac{m_{inc}}{\rho_{inc}} \end{cases} \quad (2.4)$$

Pour un même volume de liquide écoulé, nous obtenons :  $V_1 = V_2$

$$N_{réf} * \frac{m_{réf}}{\rho_{réf}} = N_{inc} * \frac{m_{inc}}{\rho_{inc}} \quad (2.5)$$

Afin d'introduire l'effet des masses volumiques respectives pour chacune des solutions, nous déduisons le rapport ( $\frac{m_{inc}}{m_{réf}}$ ) de l'équation (2.5) et nous le remplaçons, par la suite, dans l'équation (2.3). Nous obtenons alors :

$$\sigma_{inc} = \sigma_{réf} \frac{N_{réf} * \rho_{inc}}{N_{inc} * \rho_{réf}} \quad (2.6)$$

Où,  $m_{réf}$  : Masse de  $N_{réf}$  gouttes d'eau sans surfactant (g)

$m_{inc}$  : masse de  $N_{inc}$  gouttes d'eau avec surfactant (g)

$N_{réf}$  : nombre de gouttes obtenues pour un volume  $V_1$

$N_{inc}$  : nombre de gouttes obtenues pour un volume  $V_2$

$\sigma_{réf}$  : tension de surface de la solution de référence (eau) [= 0,0728 N/m à 20°C]

$\sigma_{inc}$  : tension de surface de la solution inconnue eau-surfactant (N/m)

$g$  : accélération due à la pesanteur (m/s<sup>2</sup>)

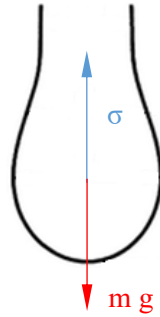


Figure 2. 8. Méthode de Stalagmométrie

### b. Méthode de la pression maximale à l'intérieur d'une bulle

Cette méthode consiste à insuffler de l'air dans un tube immergé. Ainsi, comme dans le cas de la méthode de la capillarité, l'emploi de la loi de Laplace permet, à partir de la pression maximale atteinte et le rayon du tube mesuré, de calculer la tension superficielle (Figure 2.9). Il faut noter que la pression maximale est obtenue lorsque la demi-bulle est formée, le reste de la pression appliquée ne sert qu'à finaliser sa formation et son détachement [Le-Neindre, 1993; Dupin, 2008]. L'expression de la tension superficielle est donnée ainsi par l'équation (2.8).

$$P_{max} = \frac{2\sigma}{R_c} + \rho_f g h \quad (2.7)$$

$$\sigma = \frac{R_c}{2} (P_{max} - \rho g h) \quad (2.8)$$

Avec,  $h$  : profondeur d'immersion du tube (m)

$\rho_f$  : masse volumique du fluide ( $\text{kg/m}^3$ )

$g$  : accélération due à la pesanteur ( $\text{m/s}^2$ )

$R_c$  : rayon intérieur du capillaire (m)

$P_{max}$  : pression maximale atteinte



Figure 2. 9. Méthode de la pression de bulle maximale

### c. Méthode par arrachement

Cette méthode est aussi connue sous le nom de *méthode de l'anneau selon Du Noüy*. Celle-ci consiste à émerger l'anneau dans la solution aqueuse. Le mécanisme supportant l'anneau est relié à une balance permettant de déduire et tarer sa masse afin d'éliminer l'effet de son propre poids. Aussitôt que l'anneau est plongé, il est lentement ressorti afin de mesurer la résistance (l'effet succion) exercée par la solution pour le retenir. Le dispositif de mesure (dynamomètre ou autre) permet d'enregistrer la force maximale obtenue, comme c'est montré à la Figure 2.10, à partir de laquelle nous calculons la tension de surface en employant l'équation suivante [Le-Neindre, 1993; Dupin, 2008] :

$$\sigma = \frac{i F_{max}}{4 \pi R_a} \quad (2.9)$$

Où,  $i$  : facteur de correction qui est fonction des deux rapports  $\left(\frac{R_a}{R_f}\right)$  et  $\left(\frac{R_a^3}{Vol}\right)$

$R_a$  : rayon moyen de l'anneau  $\left[= \frac{R_{int} + R_{ext}}{2}\right]$

$F_{max}$  : force maximale

$R_{int}$  : rayon intérieur (m)

$R_{ext}$  : rayon extérieur (m)

$R_f$  : rayon du fil (m)

$Vol$  : volume du fluide tenu par le fil

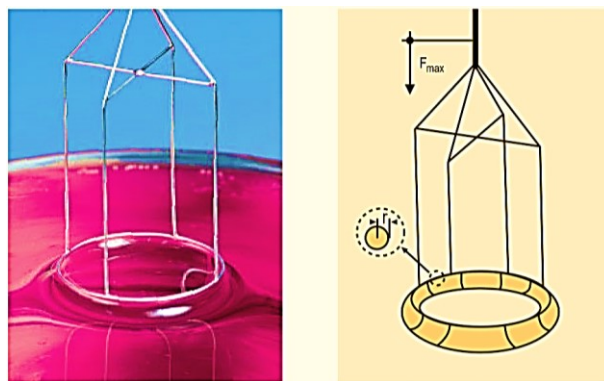


Figure 2. 10. Mesure de la tension de surface avec la méthode d'arrachement

#### d. Méthode de la capillarité

La méthode dite capillarité consiste à faire aligner verticalement des tubes capillaires de différents diamètres de façon à ne pas toucher le fond du contenant rempli de solution aqueuse (Figure 2.11). Après un certain moment, la solution commence à monter par capillarité dans chacun des tubes. La différence de niveau enregistrée ( $\Delta h$ ) démontre clairement que la hauteur d'ascension est influencée à la fois par le diamètre des tubes et la tension superficielle. Ainsi, plus le diamètre est petit plus la hauteur d'ascension est grande. La loi de Jurin permet à partir de la combinaison des deux lois (la statique des fluides et celle de Laplace) de déterminer la valeur de la tension de surface en fonction de la hauteur, du rayon du tube et de l'angle de contact à la paroi, qui est donnée par l'équation (2.10) [Le-Neindre, 1993; Dupin, 2008].

$$\sigma = \frac{(\rho_f - \rho_a) g h R_c}{2 \cos \beta} \quad (2.10)$$

Avec,  $\rho_f$  : masse volumique du fluide ( $\text{kg/m}^3$ )

$\rho_a$  : masse volumique de l'air ( $\text{kg/m}^3$ )

$h$  : hauteur d'ascension (m)

$g$  : accélération due à la pesanteur ( $\text{m/s}^2$ )

$R_c$  : rayon du capillaire (m)

$\beta$  : angle de contact

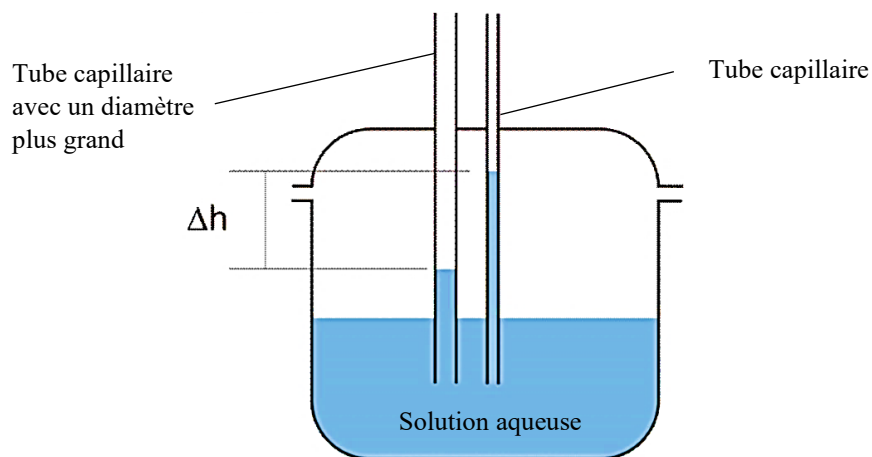


Figure 2. 11. Mesure de la tension de surface avec la méthode capillaire [Dupin, 2008]

## 2.4 Nature du film entourant les bulles d'air

Le film interfacial entourant les bulles d'air peut varier avec la variation de la composition chimique des molécules d'AEA (Figure 2.12) ou plus précisément la partie hydrophile qui tend à générer des enveloppes ayant différentes charges. Qu'elle soit positive (cationique), négative (anionique) ou neutre (non ionique), cette variabilité des charges acquises tend à influencer leur solubilité dans la solution aqueuse. Les groupes hydrophiles de type anionique se lient aux ions de calcium pour former des sels de calcium insolubles, tandis que les groupes de type cationique se combinent aux ions d'hydroxyde formant un film généralement soluble. Les groupes non ioniques sont de type inerte et ne se combinent pas avec les autres ions, ce qui cause leur solubilité. Le film insoluble prévient et minimise la coalescence et l'interaction entre les bulles d'air, alors que les films solubles tendent à l'augmenter, déstabilisant, par le fait même, le réseau de bulles d'air [Dodson, 1990].



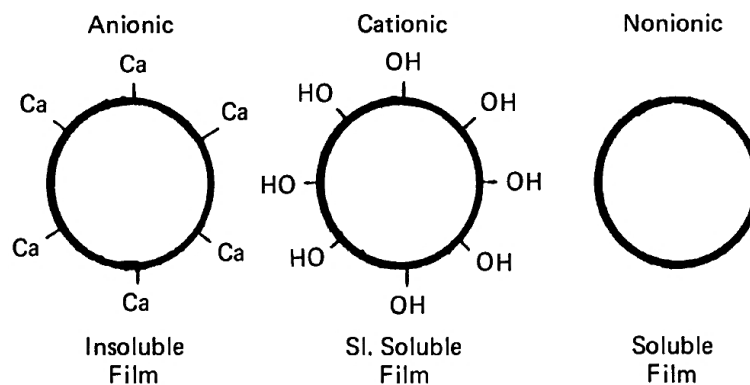


Figure 2. 12. Nature du film interfacial [Dodson, 1990]

L'efficacité des AEA est caractérisée par des critères fondamentaux nécessaires pour l'entraînement des bulles d'air dans le béton, ainsi que pour leur stabilité et leur persistance, afin d'assurer un RBA stable. Nous citons notamment :

- La membrane entourant les bulles d'air doit avoir une certaine élasticité pour résister aux pressions tant internes (gaz) qu'externes (solution aqueuse).
- L'enveloppe formée autour des bulles d'air par les AEA doit persister dans le temps et résister aux possibles diffusions et coalescence, etc.
- Le réseau de bulles d'air ne doit pas nuire aux propriétés du béton.

La composition chimique des AEA tend à influencer non seulement l'enveloppe des bulles d'air, mais aussi les autres caractéristiques, telles que le facteur d'espacement, la surface spécifique, le diamètre des bulles d'air et/ou la fraction d'air efficace, etc. Les AEA de type anionique produisent des bulles d'air dont le plus grand pourcentage est composé de microbulles, alors que ceux de type non ionique tendent à produire de grosses bulles d'air. Les AEA de type cationique produisent, quant à eux, des bulles d'air ayant différentes tailles (variables), comprises entre les deux précédents types [Dodson, 1990].

## **2.5 Propriétés physico-chimiques de l'enveloppe des bulles d'air**

Les molécules d'AEA par leur nature chimique interagissent avec les différents constituants présents dans la solution aqueuse, notamment avec le liant cimentaire. Ces multiples réactions donnent naissance à de nouvelles phases et tendent à changer les propriétés et le comportement des bulles d'air. Ces caractéristiques peuvent être classées en deux catégories :

- Propriétés physiques
- Propriétés chimiques

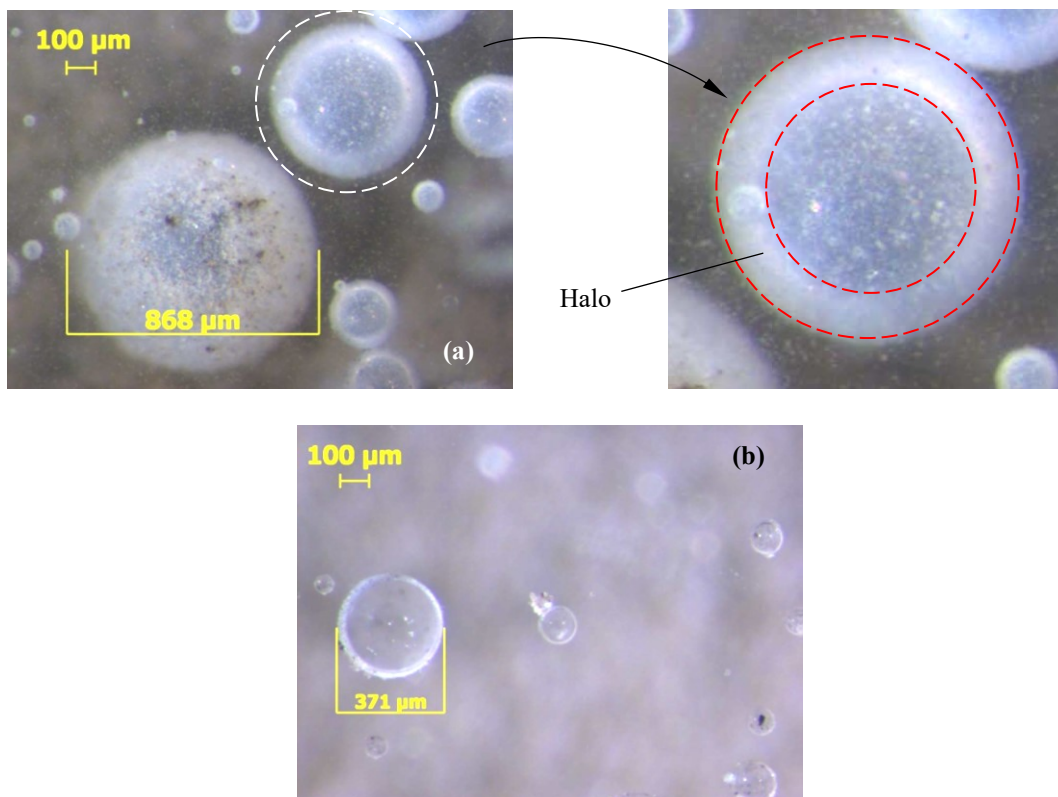
### **2.5.1 Propriétés physiques**

Les propriétés physiques des bulles d'air peuvent être listées en 4 classes :

- Transparence vs translucidité
- Interaction des bulles d'air avec le liant cimentaire
- Comportement des bulles d'air sous pression
- Autorégénération

#### **a. Transparence ou translucidité**

Les travaux de Ley et al. (2011) ont démontré que les bulles d'air entraînées se différencient des bulles d'air entrapées, et ce, même si celles-ci avaient le même diamètre. Les bulles d'air stabilisées par l'AEA semblent avoir un halo (coquille) tout autour de leur enveloppe d'où leur couleur translucide (Figure 2.13-a), état que nous ne constatons pas dans le cas des bulles d'air entrapées où leur couleur reste transparente (Figure 2.13-b). Cette faculté est directement attribuée à l'implication des AEA dans la stabilisation de ces microbulles (adsorption).



(a) : translucidité; (b) : transparence

Figure 2. 13. Bulles d'air entraînées vs entrapées [Ley et al., 2011]

### b. Interaction des bulles d'air avec le liant cimentaire

Cette spécificité constitue l'un des 3 mécanismes d'action des AEA. En présence d'eau, l'ionisation du fluide induit une attraction électrostatique entre les bulles d'air et le liant cimentaire où les grains de ciment tendent à retenir les bulles d'air (Figure 2.14). Ceci tend à réduire leur déplacement et leur interaction [Ley et al., 2011]. Cette propriété fait d'ailleurs l'objet d'une analyse expérimentale dans la Phase 6, qui consiste à évaluer l'effet des alcalis contenus dans le ciment sur la stabilité du RBA, ainsi que leur influence sur le seuil de cisaillement et la viscosité plastique des mélanges.

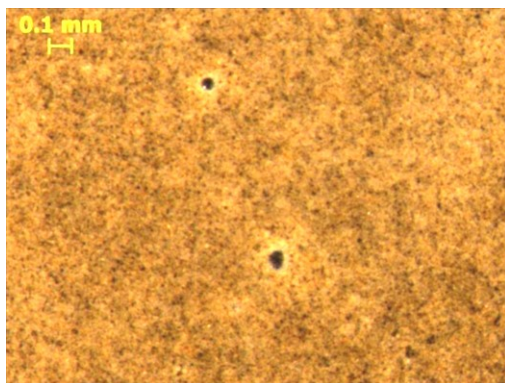


Figure 2. 14. Comportement des bulles dans une matrice cimentaire [Ley et al., 2011]

### c. Comportement des bulles d'air sous pression

Les bulles d'air, par leur nature non rigide, ont tendance à se déformer, notamment lorsque celles-ci sont soumises, dans un fluide, à différentes forces hydrostatiques/pressiométriques. Ces différentes forces peuvent causer, selon le cas, l'augmentation du volume des bulles d'air ou leur implosion. Ceci contribue à la déstabilisation des bulles d'air, ce qui se répercute négativement sur le réseau de bulles d'air. Ainsi, dépendamment du type et de la nature chimique des AEA, les bulles d'air formées répondent différemment aux pressions appliquées (Figure 2.15). Ainsi, lors des travaux de pompage, ce paramètre pourrait causer une variabilité des résultats de la teneur en air mesurée [Ley et al., 2011].

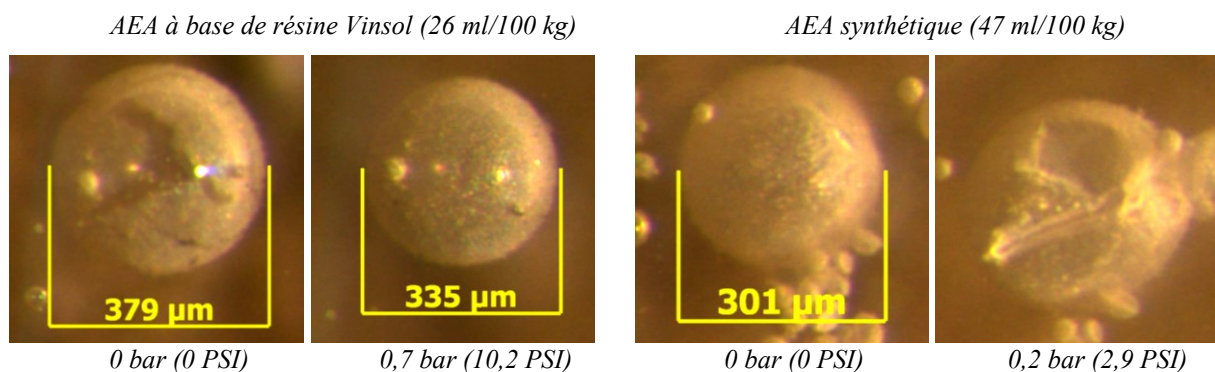


Figure 2. 15. Variabilité du comportement des bulles d'air sous pression [Ley et al., 2011]

#### d. Autorégénération

L'autorégénération est une faculté attribuée aux quelques bulles d'air peu affectées, lesquelles peuvent subsister en autocicatrisant leur enveloppe extérieure légèrement ébréchée par la perte de quelques têtes hydrophiles. Cette propriété est occasionnée par l'AEA lui-même où les interactions chimiques résultantes des opérations de réarrangements moléculaires et de diffusion permettent de reconstruire le halo externe avec les molécules encore libres dans la solution aqueuse. De plus, l'effet attractif des bulles d'air (effet électrostatique, forces de Van der Waals, etc.) donne aux bulles d'air le pouvoir de restaurer les propriétés de leur enveloppe (Figure 2.16) [Ley et al., 2011].

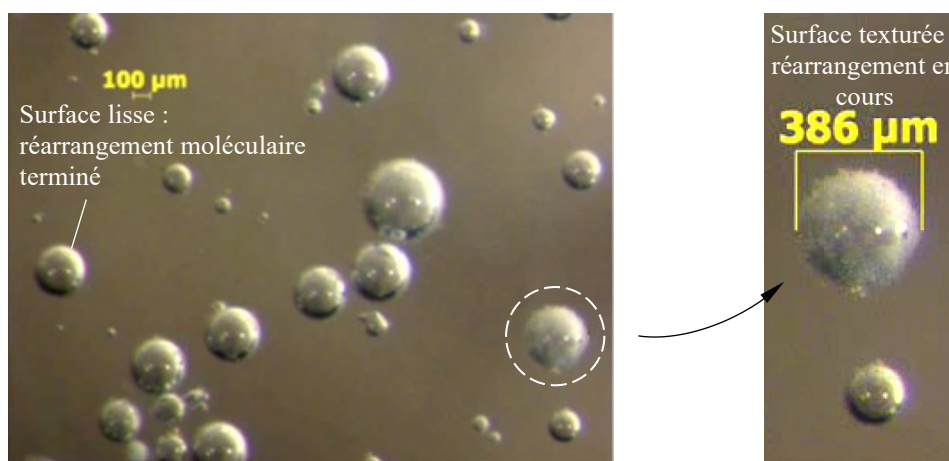


Figure 2. 16. Autorégénération de l'enveloppe extérieure des bulles d'air [Ley et al., 2011]

#### 2.5.2 Propriétés chimiques

Afin de déterminer les propriétés de l'enveloppe extérieure des bulles d'air, notamment en ce qui a trait à sa composition chimique, il faudrait se résoudre à une analyse microscopique sur un échantillon durci. Ley et al. (2011) ont soumis un spécimen, dont l'hydratation avait duré 60 jours, à une analyse au Microscope à Balayage Électronique (MEB) (Figure 2.17).

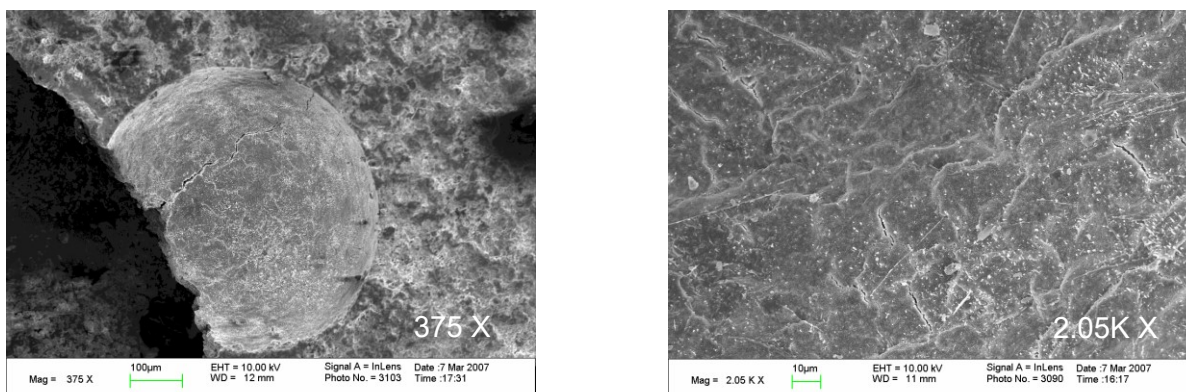


Figure 2. 17. Surface extérieure de la coquille d'une bulle d'air [Ley et al., 2011]

L'analyse par spectroscopie réalisée sur la surface extérieure de l'enveloppe (coquille) d'une des bulles d'air (Figure 2.18) a révélé que celle-ci est composée de plusieurs phases (Ca, Si, Ar et Al), avec une présence abondante du calcium, ce qui justifie l'attraction observée entre les bulles d'air négativement chargées et les grains de ciment qui sont, généralement, munis de charges positives (effet du broyage). Ceci confirme que la croûte extérieure est constituée principalement de silicate de calcium, ayant une densité et une morphologie complètement différente de celle du gel habituel, en plus de quelques blocs de C-S-H (Figure 2.19) [Ley et al., 2011].

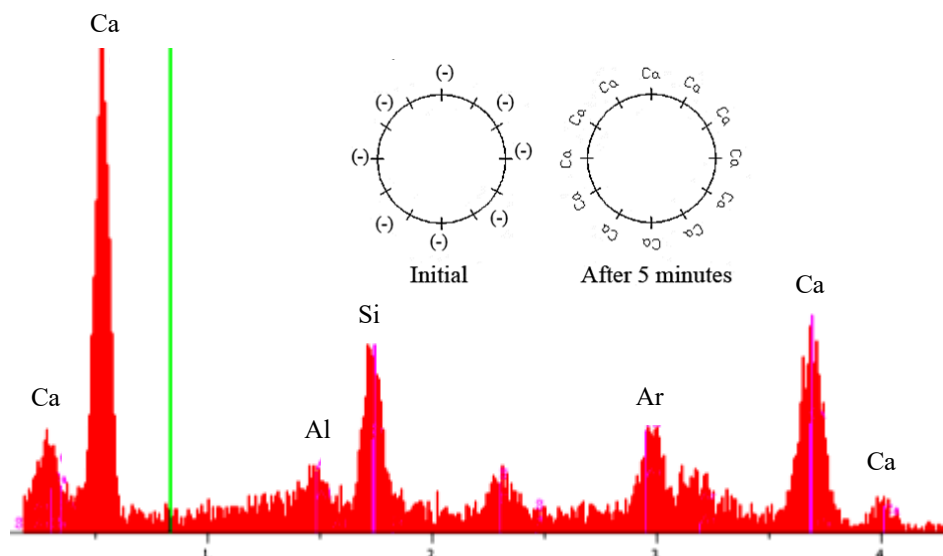


Figure 2. 18. Spectrum de la surface extérieure de l'enveloppe d'une bulle d'air [Ley et al., 2011]

Par ailleurs, lorsque nous parlons d'une bulle d'air, nous imaginons souvent une ligne imaginaire non physique qui sépare la phase gazeuse de la phase fluide, alors qu'en réalité celle-ci est délimitée par une croûte ayant une certaine épaisseur d'environ  $2\ \mu\text{m}$ , observable notamment à l'état durci (Figure 2.19). Or, cette coquille n'est nulle autre que le film interfacial, qui sépare la phase gazeuse (air) contenue à l'intérieur de la bulle et la phase aqueuse (fluide) présente à l'extérieure et sa réaction avec le milieu environnant. De ce fait, les propriétés du film interfacial formé (épaisseur, élasticité, résistance, perméabilité, charge électrostatique, etc.) sont ainsi gouvernées par la nature et le type d'AEA utilisé ainsi que les différentes interactions chimiques que celui-ci peut avoir [Boulet, 1997; Ley et al., 2011].

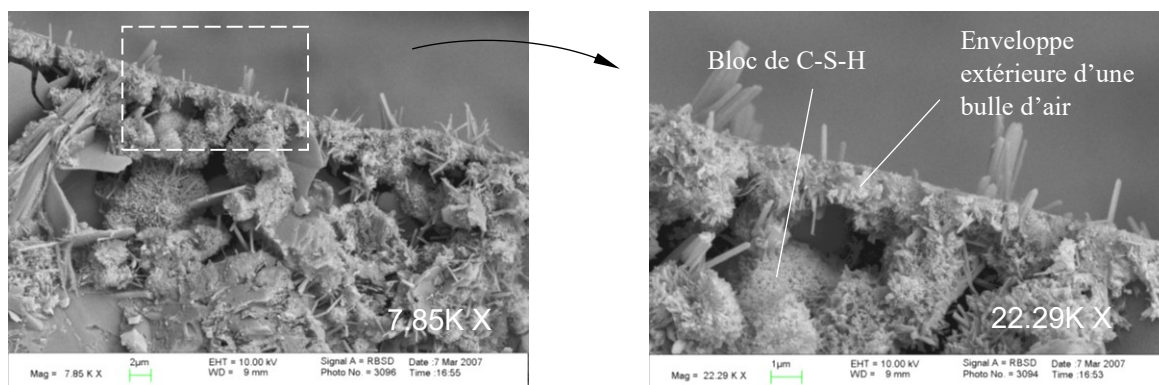


Figure 2. 19. Enveloppe extérieure d'une bulle d'air prise avec le MEB [Ley et al., 2011]

## 2.6 Principales caractéristiques du RBA

L'analyse de la conformité du RBA passe par celle de l'ensemble des caractéristiques qui déterminent son état. Parmi ceux-ci :

- Teneur en air
- Facteur d'espacement
- Surface spécifique
- Fraction d'air efficace

### 2.6.1 Teneur en air

La teneur en air représente le volume d'air entraîné dans le béton. Il est composé d'une multitude de bulles d'air ayant différentes tailles. Dans un béton une teneur en air minimale est nécessaire pour lui procurer une certaine protection contre les phénomènes de dégradation (gel-dégel et écaillage, etc.). La teneur en air peut être mesurée, tant à l'état frais que durci, par le biais de plusieurs méthodes (voir chapitre 3).

### 2.6.2 Facteur d'espacement

En matière de durabilité, le facteur d'espacement ( $\bar{L}$ ) est considéré comme étant un paramètre essentiel dans la protection du béton. Il est caractérisé par la mi-distance moyenne qui sépare deux bulles d'air définie comme étant le trajet que l'eau devait parcourir jusqu'à celles-ci. Ainsi, plus la distance est grande plus le risque d'endommagement par le gel est grand. En outre, la protection générée par les bulles d'air est d'autant plus grande que le facteur d'espacement est faible. L'existence d'une mi-distance maximale à respecter, communément appelée ***facteur d'espacement critique*** «  $\bar{L}_{crit}$  », représente un seuil à partir duquel nous évaluons la durabilité du béton, de ce fait et pour des valeurs inférieures à  $\bar{L}_{max}$ , l'eau une fois en mouvement à l'intérieur des pores capillaires arrive assez rapidement aux bulles d'air pour gélée sans causer de dommages (Figure 2.20) [Gagné et Linger, 2008].



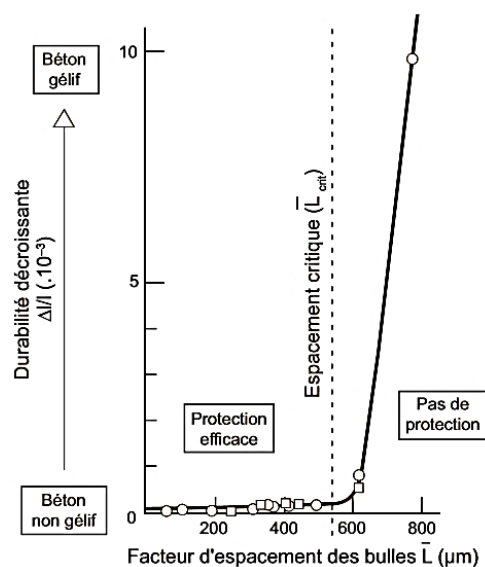


Figure 2. 20. Relation entre la durabilité et le facteur d'espacement [Gagné, 2000, Gagné et Linger, 2008]

La distribution de la taille des bulles une fois formées représente un paramètre important à considérer dans la stabilité du RBA. Certes en présence de plus grosses bulles, celles-ci sont portées à déstabiliser les autres bulles de petite taille, du fait que les grosses bulles ont tendance à avaler et détruire les plus petites bulles se trouvant dans leur potentiel d'influence (diffusion de l'air entre bulles fusionnées), pour former de nouvelles bulles encore plus grosses (Figure 2.21). Ces dernières seront très faciles à fusionner et/ou à expulser d'où l'instabilité du RBA. Idéalement, il serait plus judicieux de ne former que des petites bulles d'air, ceci permettra de créer, pour un même volume d'air total, un nombre plus élevé de microbulles ayant une plus grande surface spécifique et un facteur d'espacement très réduit, ce qui ne serait que bénéfique pour la durabilité du béton [Gagné, 2000].

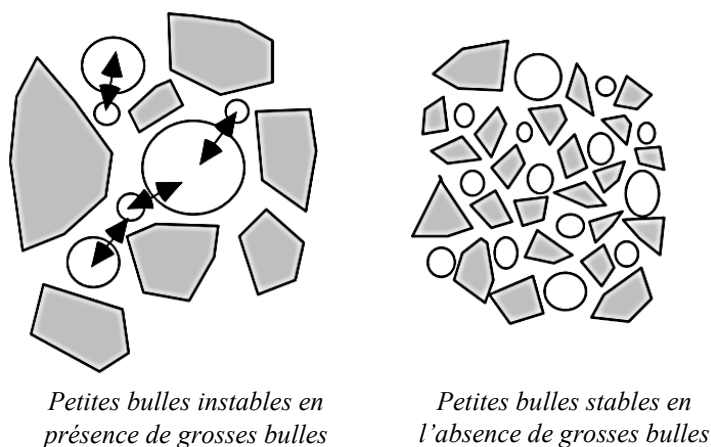


Figure 2. 21. Influence de la taille des bulles et des gros granulats sur la stabilité du RBA [Gagné, 2000]

Les normes élaborées pour régir les restrictions en lien avec le facteur d'espacement et la surface spécifique dépendent de plusieurs facteurs, notamment la zone géographique dans laquelle chacun des pays normatifs est situé, la sévérité des conditions environnementales d'expositions, en plus du type de béton produit et de son rapport E/C. Ainsi, dans le cas des bétons conventionnels un facteur d'espacement inférieur à 250  $\mu\text{m}$  est nécessaire, alors que cette valeur pourrait dépasser 500  $\mu\text{m}$  dans le cas des BHP. Or, dans les pays nordiques (États-Unis, Canada), le facteur d'espacement pourrait ne pas dépasser 200  $\mu\text{m}$ , notamment pour les bétons qui viennent en contact avec les sels fondants [Gagné, 2000]. Le facteur d'espacement peut varier, et ce, dépendamment des propriétés du béton (rapport E/C, ajouts cimentaires, etc.) et la sévérité du milieu d'exposition. Dans le Tableau 2.1, nous présentant quelques résultats du facteur d'espacement pour certaines formulations, conservées dans l'eau pendant une période de 14 jours, avant de les exposer aux cycles de gel-dégel [Gagné, 2000]. La norme ASTM C457 intervient dans ce sens pour paramétrer les deux facteurs susmentionnés, afin de recommander une plage de valeurs les plus utilisées, en matière de durabilité, comprise entre 100 et 200  $\mu\text{m}$  pour le facteur d'espacement et entre 25 et 45  $\text{mm}^{-1}$  pour la surface spécifique ( $\alpha$ ).

Table 2. 1. Facteur d'espacement de quelques formulations soumises aux cycles de gel-dégel [Gagné, 2000]

Rapport E/C	Facteur d'espacement critique $\bar{L}_{crit}$ (μm)
	Ciment Portland avec fumée de silice
	Cycles de gel-dégel dans l'eau
0,25	< 700
0,30	300
0,50	250
<i>Cure humide assurée aux 3 formulations pendant une durée de 14 jours avant leur exposition aux cycles de gel-dégel.</i>	

### 2.6.3 Surface spécifique

La surface spécifique ( $\alpha$ ) est un paramètre important qui doit être traité conjointement avec le facteur d'espacement, celui-ci représente un bon indicateur de la qualité du réseau de bulles d'air dans la matrice cimentaire. Il donne notamment un aperçu sur la dimension moyenne des bulles d'air formées où son expression est donnée par l'équation (2.11). Néanmoins, celui-ci reste inversement proportionnel au facteur d'espacement.

$$\alpha = \frac{\sum \text{Surface des bulles d'air}}{\sum \text{Volume des bulles d'air}} = \frac{\text{mm}^2}{\text{mm}^3} = \text{mm}^{-1} \quad (2.11)$$

### 2.6.4 Fraction d'air efficace

Le réseau de bulles d'air n'est nul autre qu'un groupement de plusieurs fractions de microbulles ayant différentes tailles, formées par les pâles du malaxeur et stabilisées par l'AEA. Un des paramètres essentiels déterminant l'efficacité de ces bulles d'air serait leurs tailles, qui selon leur efficacité permet de les classer en deux catégories. Une première classe dite **utile** pour la durabilité du béton et une deuxième jugée **peu utile**, voire inutile (Figure 2.22). Ainsi, les bulles d'air peu utiles pourraient représenter jusqu'à 50 % de la teneur en air totale mesurée [Sika, 2010]. De ce fait, pour un même volume d'air total, la taille de ces microbulles détermine leur nombre à l'intérieur de la matrice cimentaire, ce qui se répercute sur le facteur d'espacement et la surface spécifique correspondants.

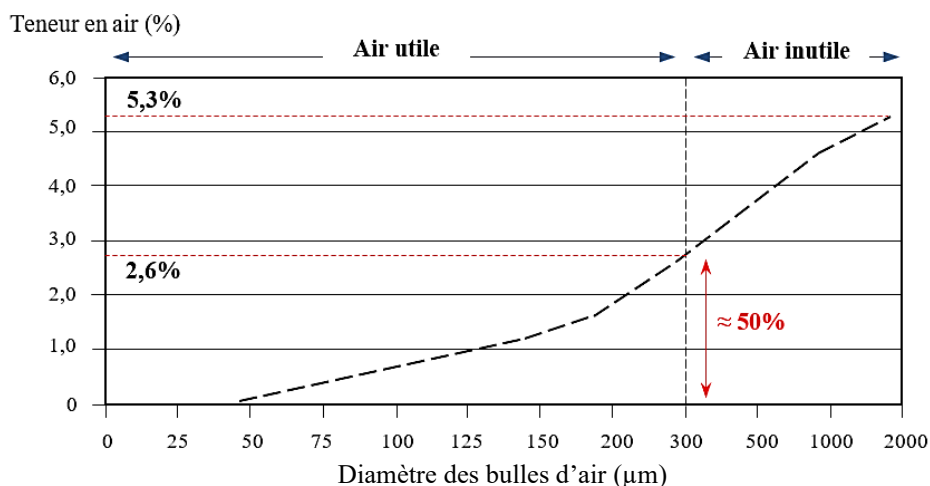


Figure 2. 22. Fraction efficace des bulles d'air utiles [Sika, 2010]

La fraction d'air efficace communément appelée  $A_{300}$  représente les bulles d'air ayant un diamètre inférieur ou égal à 300  $\mu\text{m}$ . Plus que cette fraction est supérieure mieux c'est pour le béton d'où cette appellation (efficace), car cela permet de réduire au maximum le facteur d'espacement ce qui tend à rapprocher les microbulles et raccourcir le chemin parcouru par l'eau pour atteindre une bulle d'air, ce qui garantit au béton une protection appropriée. Cette propriété semble être proportionnellement liée au facteur d'espacement.

## 2.7 Paramètres influençant le RBA

Une teneur en air adéquate et stable avec une bonne répartition spatiale (3D) des bulles d'air à l'intérieur de la matrice cimentaire représentent les deux principaux paramètres sur lesquels repose la durabilité du béton. Le non-respect de l'une ou l'autre de ces deux conditions réduirait considérablement sa pérennité dans le temps, l'expose à des phénomènes agressifs et l'entraîne à subir des dégradations majeures. Par conséquent, les deux paramètres précités devraient être évalués conjointement, car une bonne teneur en air ne rime nécessairement pas toujours avec un bon facteur d'espacement et vice-versa. En effet, pour un même volume d'air, plusieurs facteurs d'espacement peuvent être obtenus (Figure 2.23), et ce, dépendamment du type d'AEA utilisé. Ainsi, un béton pourrait présenter une bonne stabilité d'air, mais sans forcément avoir un bon facteur d'espacement.

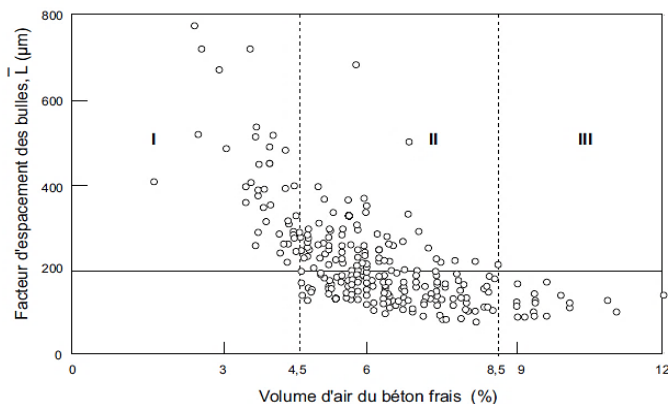


Figure 2. 23. Facteur d'espacement en fonction de la teneur en air du béton frais [Gagné et Linger, 2008]

Le paramètre de stabilité est une qualification attribuée au béton, lequel garde la stabilité de son RBA dès sa formulation, et ce, jusqu'à sa mise en place. Par ailleurs, le facteur d'espacement optimal assure une distance tridimensionnelle idéale et uniforme entre l'ensemble des bulles d'air (Figure 2.24) [Pigeon et Pleau, 1995; Gagné et Linger, 2008; Yang, 2012].

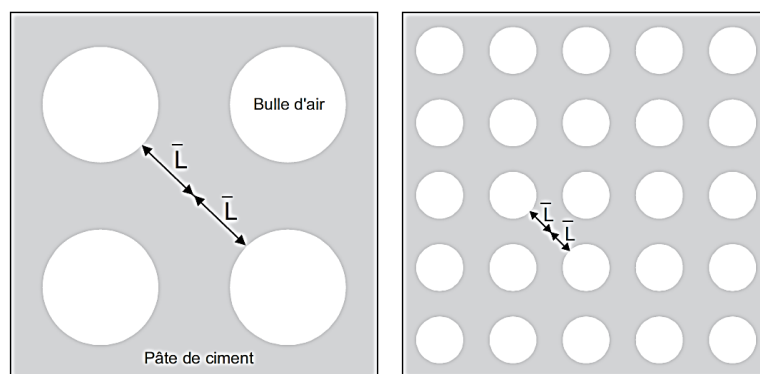


Figure 2. 24. Présentation schématique du facteur d'espacement [Gagné et Linger, 2008]

La sensibilité du RBA à subir des changements rend le béton vulnérable et l'expose à subir des dégradations causées principalement par les cycles de gel-dégel et l'écaillage. Les principaux paramètres influençant le réseau de bulles d'air dans le béton sont présentés ci-dessous :

- Type et nature du ciment (finesse, teneur en ciment, pourcentage d'alcalis)
- Les ajouts cimentaires (cendres volantes, fumée de silice, laitier de haut-fourneau)
- Les adjuvants et leurs interactions

- Squelette granulaire
- Rhéologie
- Malaxage et transport du béton
- Pompage
- Mise en place du béton

### 2.7.1 Type et nature du ciment

La **finesse** du ciment a un impact négatif sur la teneur en air et cause son instabilité. La teneur en air subit une diminution lorsque la finesse du ciment augmente. Dans des cas extrêmes, l'ajustement de la teneur en air pourrait nécessiter l'utilisation jusqu'au double de la quantité d'AEA prévue au départ, voire plus dans certains cas [Mayfield et Morton, 1969]. De plus, la **teneur en ciment** représente également un facteur important où son augmentation cause la diminution de la teneur en air (Figure 2.25). De plus, le ciment pourrait présenter une grande variabilité vis-à-vis son taux d'alcalis où la teneur en air semble augmenter avec l'augmentation de la teneur en alcalis. Ainsi, un ajustement doit être fait pour les ciments riches en alcalis. Lors de la formulation, l'utilisation d'un dosage plus faible en AEA pourrait être nécessaire. Par ailleurs, la contamination du ciment par un quelconque agent étranger, comme c'est le cas des huiles, pourrait affecter la stabilité du RBA en empêchant les AEA d'accomplir leurs rôles [Pieagon, 1989; Pigeon et Pleau, 1995; Kosmatka et al., 2004].

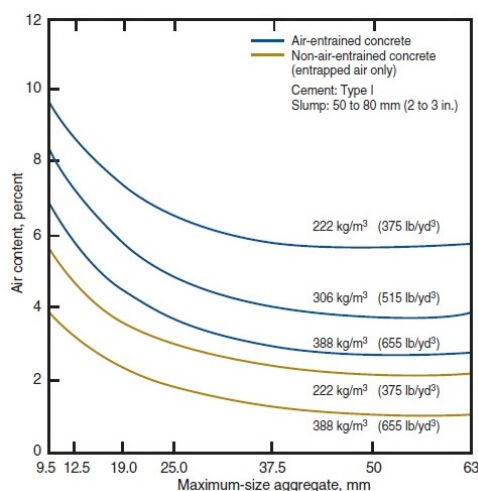


Figure 2. 25. Influence de la teneur en ciment sur la teneur en air [Kosmatka et al., 2004]

Par ailleurs, les **alcalis** bien qu'ils soient considérés comme étant des phases mineures dans le ciment, leur influence sur la stabilité du RBA est non négligeable [Mielenz et al., 1958; Farkas, 1964; Gebler et Klieger, 1983; Pistilli, 1983; Pigeon et Plante, 1990; Whiting et Stark, 1983; Pigeon et al., 1992; Whiting et Nagi, 1998]. Les ciments peuvent contenir des quantités variables en alcalis. Ceci est dû principalement aux matériaux (argile) utilisés lors de la cuisson du clinker, de la température des fours atteinte et de la qualité du recyclage des poussières naissantes. De nos jours, les poussières sont souvent recyclées afin de respecter les réglementations environnementales. Les alcalis sous forme de sulfates ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$  et  $\text{K}_2\text{SO}_4$ ) sont généralement présents à la surface des grains de clinker. Ainsi, ils sont les premiers à réagir d'où leur grande solubilité lorsqu'ils sont associés à une solution aqueuse [Plante, 1989]. Les problèmes liés aux alcalis deviennent de plus en plus fréquents et semblent même être en croissance, dû notamment aux restrictions environnementales de plus en plus sévères. Ces restrictions obligent les cimenteries à récupérer les poussières (matières résiduelles) naissantes des opérations de broyage et de mélangeage, et qui finissent jusqu'à une certaine limite par les réintroduire dans la fabrication du ciment, faisant augmenter sa concentration en alcalis. En plus, les coûts en énergie de plus en plus élevés poussent les producteurs à utiliser des températures de cuisson plus basses, ce qui favorise la présence d'alcalis dans le ciment [Plante, 1989].

En outre, les ciments riches en alcalis ont tendance à entraîner l'air plus facilement que ceux à faible teneur en alcalis. La quantité d'AEA requise pour produire un volume d'air donné a tendance à varier. Il est réduit pour les ciments riches en alcalins et augmenté pour les ciments faiblement alcalins [William, 1996]. En présence des alcalis, la quantité du calcium présente dans la solution aqueuse semble être réduite, attribuable notamment à leur fixation faite par ces alcalis qui entrent en compétition avec les molécules d'AEA. Initialement, cette influence entrave le rôle de l'AEA et tend à réduire sa quantité qui devait se précipiter pour former une membrane autour des bulles d'air. Ensuite, lorsque les alcalis sont fixés, l'inhibition tend à s'estomper laissant le champ libre devant le surplus de molécules d'AEA, présents dans la solution aqueuse, permettant au mélange, après une diminution fulgurante en premier temps de la teneur en air, de produire plus de membranes autour des vides d'air et donc plus de bulles d'air, ce qui tend à augmenter brusquement la teneur en air [Hansen et Pressler, 1947; Mielenz et al., 1958; Farkas, 1964; Pleau et Pigeon, 1995; Dodson, 1990]. Néanmoins, malgré cette

augmentation fulgurante, le RBA produit est considéré comme étant instable, dû principalement à la minceur de la membrane formée autour de chacune des bulles d'air. Les petites bulles d'air sont déstabilisées et avalées par les plus grosses bulles, faisant augmenter la valeur du facteur d'espacement, et ce, même si la teneur en air reste inchangée [Pastilli, 1983; Dubovoy et al., 1988; Plante, 1989]. La concentration de sodium et de potassium autour des bulles d'air ne semble pas affecter de manière significative la microstructure de la pâte de ciment présente dans le périmètre des bulles d'air [Pigeon et Plante, 1990]. Bien que la présence de sulfates alcalins ait tendance à produire de plus grosses bulles d'air, leurs interactions contribuent à stabiliser la teneur en air des mélanges aux dépens de leurs facteurs d'espacement. Ceci est principalement dû à la formation de ponts ioniques entre les grains de ciment et l'enveloppe (membrane) entourant les bulles d'air [Plante, 1989; Pigeon et Plante, 1990; Pigeon et al. 1992; Pleau et pigeon, 1995].

Les AEA sont des mélanges complexes et peuvent dans certains cas produire des précipités insolubles, ce qui tend à déstabiliser les bulles d'air. Par conséquent, la stabilité du réseau de bulles d'air dépend du comportement des bulles d'air, qui à son tour dépend essentiellement de la nature chimique de toutes les phases (AEA, HRWR et liant) présentes dans la solution aqueuse [William, 1996; Ramachandran et Feldman, 1996]. Le changement qui affecte le sel de calcium de l'AEA le rend insoluble, sa nature colloïdale change et se coagule. Ce changement tend à réduire la capacité du mélange à entraîner l'air [Dodson, 1990]. Il est donc recommandé de surveiller la concentration du ciment en alcalis, car son augmentation tend à influencer l'efficacité de l'AEA, du fait que les changements causés par la présence d'alcalis peuvent affecter la durabilité du béton lorsqu'il est exposé aux cycles de gel-dégel. La capacité d'adsorption des molécules de SP est aussi fortement influencée par la teneur en alcalis solubles présents dans le ciment. Ceci tend, dans certains cas, à augmenter la fluidité de ces mélanges ce qui pourrait avoir un impact direct sur le comportement des bulles d'air [Kim et al., 2000].

### **2.7.2 Ajouts cimentaires**

Pour améliorer les bétons dits de nouvelles générations, l'emploi d'ajouts cimentaires, tels que les cendres volantes, la fumée de silice, le laitier de haut fourneau, devient indispensable, et ce,



dans le but d'améliorer leur performance et durabilité. Les **cendres volantes**, récupérées dans les cheminées des centrales thermiques, sont des sous-produits formés principalement de silice et de composés alumino-siliceux. Elles sont considérées parmi les ajouts cimentaires les plus utilisés dans le béton. La présence abondante de carbone et d'alcalis, dans celles-ci, tend à déstabiliser le réseau de bulles d'air.

En plus de l'influence des alcalis traitée précédemment, l'influence de la teneur en carbone semble grandement affecter le RBA où son augmentation tend à faire augmenter la demande en AEA. De plus, la teneur élevée en carbone tend à inhiber l'effet des molécules d'AEA [Gebler et Klieger, 1983; Pleau et pigeon, 1995] et pourrait même briser la membrane entourant les bulles d'air [Joliecoeur et al., 2009]. Ces influences affectent le facteur d'espacement et causent son augmentation [Pigeon et al., 1992; William, 1996]. Il est nécessaire de porter une attention particulière au carbone que les cendres volantes pourraient contenir, du fait que l'utilisation d'un agent sacrificiel (AS) pour saturer les quelques sites actifs du carbone susceptibles d'influencer par adsorption les molécules d'AEA et/ou l'emploi d'une quantité supplémentaire d'AEA seraient nécessaires (Figure 2.26). Par ailleurs, le Métakaolin n'a que peu ou pas d'effet sur la teneur en air [Kosmatka et al., 2004].

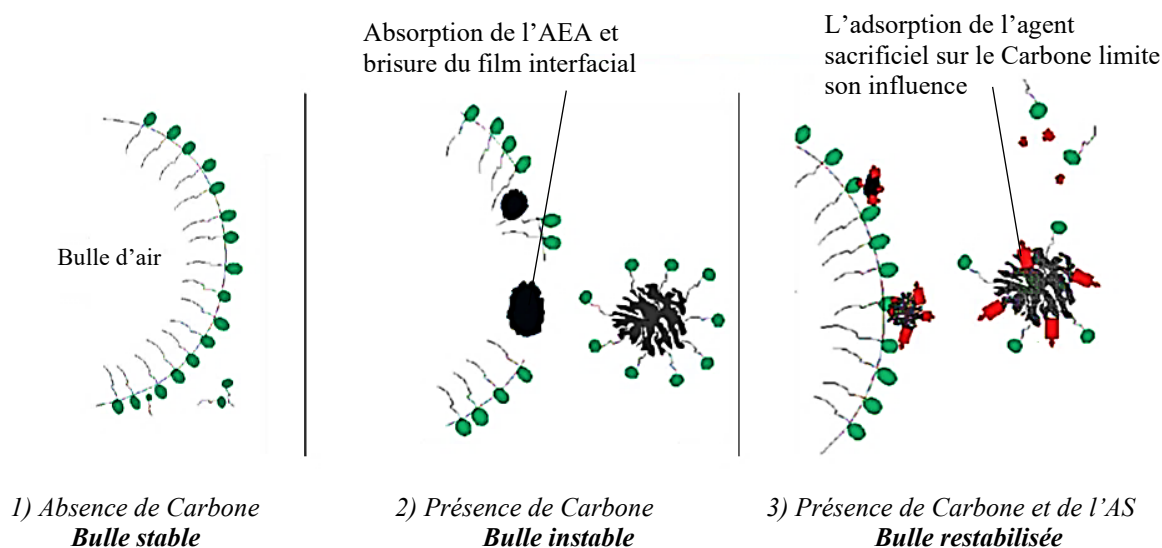


Figure 2. 26. Influence du carbone contenu dans les CV sur la teneur en air [Joliecoeur et al., 2009]

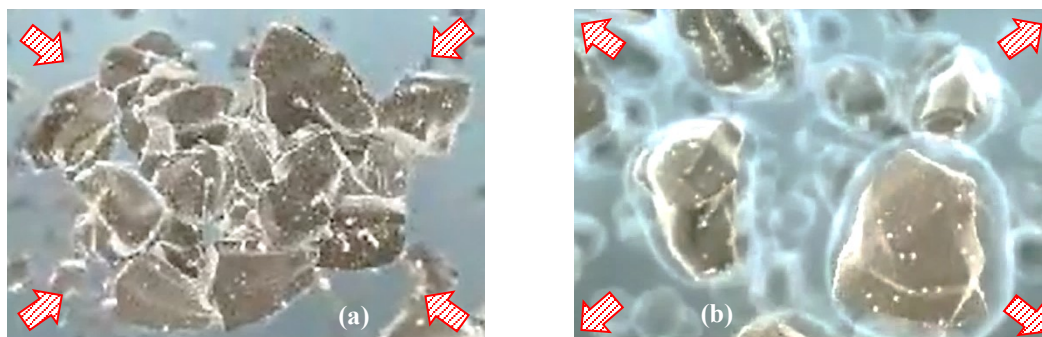
De plus, la **fumée de silice**, est un coproduit pouzzolanique, composé principalement de bioxyde de silicium amorphe (jusqu'à 85 %). L'utilisation de cet ajout cimentaire dans le béton semble moins problématique, attribuable principalement à sa teneur réduite en carbone et à sa grande pureté résultant de son traitement lors du contrôle de la taille des particules. Néanmoins, quelques mélanges peuvent présenter un RBA instable, notamment lorsque leur taux de substitution est élevé. Carette et Malhotra (1983) ont obtenu un RBA adéquat pour un taux de remplacement de 30 % tout en surdosant la teneur en AEA. L'exposition des échantillons aux cycles de gel-dégel leur a permis de constater que la sensibilité des bétons formulés avec la fumée de silice tend à augmenter avec l'augmentation du taux de substitution. Okkenhaug et Gjorv (1982), Pigeon et al. (1987) ont conclu qu'un taux de remplacement de 8 % ne cause pas de problème et permet de produire un facteur d'espacement adéquat, ce qui confirme qu'il est possible de produire des bulles d'air de petite taille sans pour autant augmenter le dosage en AEA [Pigeon, 1989].

Par ailleurs, le **laitier de haut fourneau** est un produit cimentaire fabriqué à partir du laitier de fonte (non métallique) et composé principalement de silicates et d'aluminosilicates de calcium. Celui-ci peut contenir des concentrations variables en alcalis (c.-à-d. 0,26 %-Na<sub>2</sub>O et 0,25 %-K<sub>2</sub>O pour un laitier produit au Nouveau Brunswick et 1,34 %-Na<sub>2</sub>O et 0,66 %-K<sub>2</sub>O pour celui produit au Québec). En Amérique du Nord, l'utilisation non fréquente de ce type d'ajout explique en partie l'absence d'information (littérature) de son influence sur l'entraînement d'air dans le béton [Plante, 1989].

### 2.7.3 Les adjuvants

L'utilisation de plusieurs adjuvants à la fois dans une même formulation (superplastifiant, agent entraîneur d'air, agent de viscosité, etc.) pourrait nous réserver des surprises, du fait que l'incompatibilité des uns avec les autres tend entre autres à influencer la tensioactivité de l'eau, ce qui se répercute sur la formation des bulles d'air, la qualité de leur film interfacial et cause l'instabilité du RBA. **Les superplastifiants** peuvent influencer positivement ou négativement la teneur en air. Cela dépend de plusieurs paramètres, notamment ceux en lien avec leur composition chimique et moléculaire. Généralement les superplastifiants sont classés en

4 groupes; les polyacrytes et les polycarboxylates (PC ou PCE), les polycondensats de formaldéhyde et de naphthalène sulfoné (PNS), les polycondensats de formaldéhyde et de mélamine sulfonée (PMS), les lignosulfonates modifiés (LS) et les autres incluant les esters d'acides sulfoniques. Notons que dans cette étude nous n'avons expérimenté que les deux SP identifiés comme étant PC et PNS. Les SP sont utilisés pour défloculer les grains de ciment regroupés lorsqu'ils sont mélangés à l'eau et ainsi libérer l'eau emprisonnée entre les grains de ciment regroupés et augmenter la fluidité du béton (Figure 2.27). Leurs 2 mécanismes d'action se résument en une **répulsion électrostatique** pour le PNS et une combinaison entre **répulsion stérique et électrostatique** pour le PC. Dans la première, l'ionisation imposée par le milieu environnant oblige les molécules du SP, une fois adsorbées sur les grains de ciment, de porter une charge négative. Ainsi, lors de leurs rapprochements la répulsion s'effectue, celle-ci est donc induite par la présence de plusieurs charges de même nature. Alors que dans la deuxième, l'encombrement résultant de la présence de multiples chaînes moléculaires à la surface des grains de ciment annule l'effet électrostatique et favorise plutôt une répulsion mutuelle lors de leurs rapprochements. À cet effet, il serait judicieux d'utiliser des adjuvants d'une même famille et/ou provenant d'un seul fournisseur. Toutefois, la compatibilité de ces adjuvants doit être expérimentalement validée avant leurs utilisations [Khayat, 1998; Pan, 2011; Rouis, 2017].



(a) : Rapprochement et floculation (sans SP); (b) : Éloignement et défloculation (avec SP)

Figure 2. 27. Schématisation du mode d'action des superplastifiants

**L'agent de viscosité (AV)** est un produit épaississant. Une fois incorporé, l'AV contribue à faire augmenter la viscosité, améliore la rhéologie du mélange et maintien la flottation de tous les constituants, incluant les bulles d'air. Les AV ont 3 mécanismes d'action qui se résument en **l'adsorption, l'association et le chevauchement** (Figure 2.28). Dans le premier, l'AV tend à

adsorber l'eau sur la surface de ses molécules qui finissent par prendre de l'expansion. Le second, développé par les forces de Van der Waals qui tendent à créer des liaisons entre les différentes molécules de l'AV. Enfin, le chevauchement n'est constaté que lorsque les concentrations de l'AV sont élevées. Ainsi, au moment où le SP tend à augmenter la fluidité du mélange et réduire à la fois sa viscosité et son seuil de cisaillement, l'AV tend, quant à lui, à augmenter la viscosité du béton et son seuil de cisaillement. De ce fait, l'optimisation de la combinaison SP-AV est essentielle pour développer une certaine synergie qui favoriserait la stabilité du RBA [Khayat, 1998; Pan, 2011; Rouis, 2017].

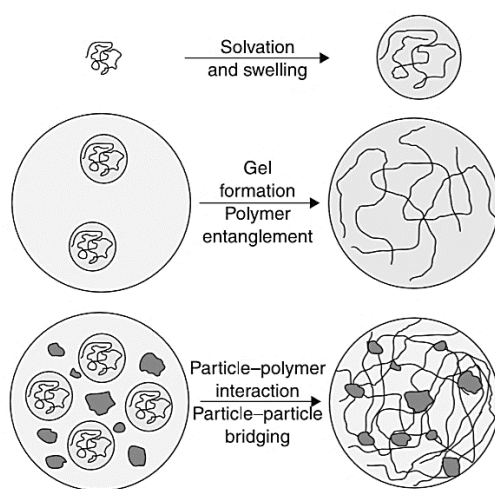


Figure 2. 28. Mécanismes d'action des VMA [Khayat, 1998]

#### 2.7.4 Squelette granulaire

La compacité du squelette granulaire influence l'empilement des granulats, qui selon leurs taille, forme, texture et disposition, peuvent produire des mélanges compacts, modérément denses ou lâches [De Larrard, 1999; Hafid, 2012]. Cette spécificité influence le comportement des bulles d'air où le volume d'air tend à diminuer avec l'augmentation de la taille des granulats. Ceux-ci, en plus de ne pas pouvoir former une barrière physique (effet de filet) pour contenir et stopper le mouvement des bulles, ils causent sous l'effet de la friction et de l'entrechoquement, la déformation voire la destruction des bulles d'air, notamment celles ayant un plus gros diamètre (Figure 2.29). Dans le cas des plus petites bulles, plusieurs d'entre elles arrivent à s'insérer dans les interstices et échappent à la friction et au cisaillement occasionnés par les granulats, tandis

que d'autres bulles, qui n'ont pas pu s'échapper, tendent à les faire rebondir (granulats), sous l'effet de la pression interne. De ce fait, celles-ci ne subissent qu'une légère déformation, comparativement aux plus grosses bulles, attribuable notamment à leur infime grosseur [Attachaiyawuth, 2015].

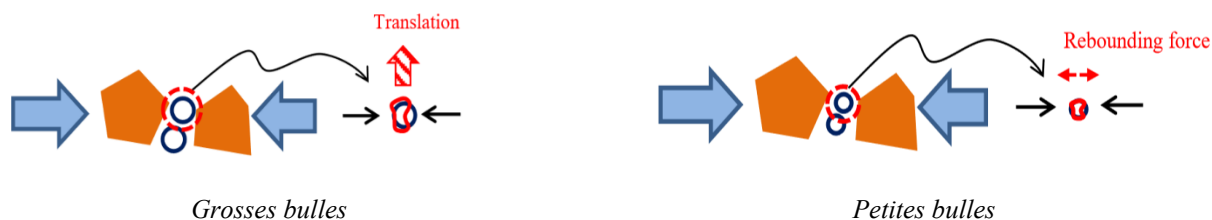


Figure 2. 29. Influence du squelette granulaire selon la grosseur des bulles d'air [Attachaiyawuth, 2015]

Par ailleurs, le sable tend à retenir, par confinement, les bulles d'air en leur bloquant les passages empruntés lors de leur ascension (échappement). Ainsi, la compacité du béton tend à réduire la porosité interstitielle entre les granulats et empêche les bulles d'air d'atteindre la surface (Figure 2.30). De plus, le rapprochement des granulats, notamment dans le cas du sable tend à réduire les espaces intergranulaires, isole les bulles d'air les unes des autres, ce qui tend à empêcher leur déplacement, voire leur coalescence et/ou échappement.

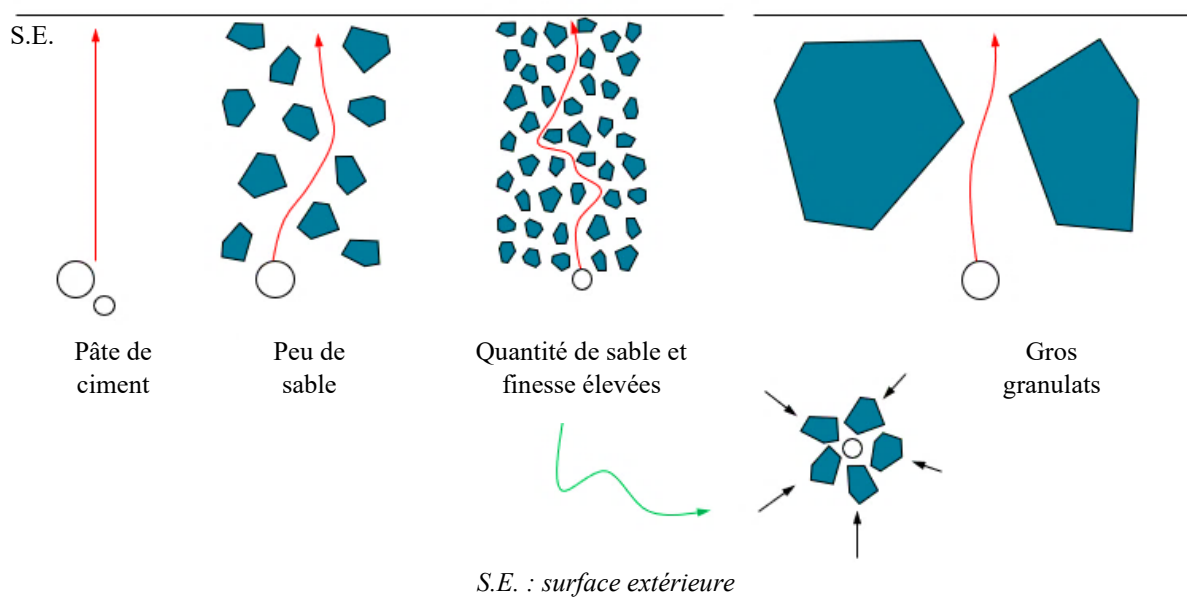


Figure 2. 30. Influence du squelette granulaire sur la teneur en air [Boulet, 2007; Marchand et al., 1994]

Le modèle mathématique développé par De Larrard (1999) dévoile l'influence de l'empilement et l'entassement des granulats sur la compacité granulaire. Celle-ci dépend de plusieurs paramètres, dont le pourcentage d'inclusion de chacune des fractions granulaires, la texture de leur surface, la forme des agrégats et leur disposition, ce qui se répercute sur la porosité d'une composition donnée. Le choix des fractions granulaires et leurs proportions influencent la teneur en air. Celles qui semblent grandement affecter le RBA, sont celles contenant des particules ayant des dimensions critiques (très petite ou très grande) et/ou une surface spécifique élevée qui ne parviennent pas à contenir les bulles d'air pour empêcher leur mouvement. La portion médiane du sable (300-590  $\mu\text{m}$ ) semble être la fraction la plus favorable à contenir un plus grand pourcentage d'air due notamment à sa grande capacité de fournir un empilement fortement imbriqué et serré, comparativement aux deux autres fractions [Mielenz et al., 1958; Plante, 1989]. D'ailleurs c'est pour cette raison que les coulis cimentaires présentent toujours des teneurs en air très faibles. La même constatation est faite lorsqu'un BAP est confectionné avec un rapport élevé en gros granulats. Ainsi, l'entassement imparfait des gros granulats laisse paraître de gros espaces (couloirs de remontées) qui favorisent le libre mouvement, la coalescence et l'échappement des bulles d'air.

De plus, l'effet de la compacité ne se limite pas à influencer seulement le comportement des bulles d'air, mais aussi à influencer un grand nombre d'autres paramètres propres au béton, dont son comportement rhéologique, sa viscosité plastique, son seuil de cisaillement, sa demande en SP, sa maniabilité, sa compactibilité et sa stabilité (ressuage et ségrégation). Ces possibles variations permettent de constater que la variation de ce facteur pourrait avoir des répercussions directes ou indirectes sur la stabilité du RBA [De Larrard, 1999]. Par ailleurs, plusieurs méthodes peuvent être employées pour déterminer la compacité des composés granulaires, que ce soit binaire, ternaire ou quaternaire. Parmi celles-ci, le compacteur à cisaillement giratoire « Intensive Compaction Tester » connu sous le nom de l'ICT, la norme ASTM C 29 (standard test method for bulk density and voids in aggregate), le logiciel BétonLab anciennement appelé René-LCPC et le code EMMA (Elkem Materials-Mixture Analyser). Ces méthodes permettent de déterminer, à la fois, les masses volumiques compactées et pilonnées qui devront garder la même tendance évolutive. Les logiciels permettront de valider les compacités obtenues avec l'ICT.

Par ailleurs, la quantité du sable utilisée, sa finesse et sa composition minéralogique tendent à influencer la stabilité du RBA. Taylor (1949) avait constaté qu'une augmentation de 10 % de la teneur en sable induit une augmentation de 1 % de la teneur en air. Mielenz et al. (1958) avaient conclu qu'une augmentation du module de finesse du sable de 2,57 à 3,21 pourrait causer une variation en matière de teneur en air d'environ 1 %, due principalement au changement que la granulométrie avait subi. Chatterji et al. (1978) avaient trouvé que le dosage en AEA tend à augmenter avec l'augmentation de la teneur en carbonate de calcium du sable [Plante, 1989].

### 2.7.5 Rhéologie

La rhéologie représente un paramètre très important dont dépend la qualité du béton, car elle influence plusieurs de ses propriétés (malaxage, transport, manutention, mise en place et consolidation, etc.) [Ferraris, 1999; Yahia, 2016; Ferraris et al., 2017]. Cette influence a un impact direct ou indirect sur la qualité et la stabilité du réseau de bulles d'air nécessaire pour assurer la durabilité du béton, en particulier lorsqu'il est exposé aux cycles de gel-dégel. L'une des nombreuses théories explicatives de la viscosité attribue aux forces hydrodynamiques visqueuses le mérite d'éloigner à l'intérieur du fluide ses particules les unes des autres, incluant les bulles d'air, ce qui tend à assurer une certaine homogénéité de répartition [Yahia, 2016].

Les différents constituants entrant dans la composition du fluide affectent les propriétés rhéologiques et tendent à influencer sa contrainte seuil et sa viscosité plastique, ce qui tend à se répercuter sur le comportement des bulles d'air [Schutter et al., 2008; Okamura et Ouchi, 1998; Okamura et Ozawa, 1996; Okamura, 1997; Okamura, 1999; Domone, 2006; Li, 2005; Gołaszewski et Kostrzanowska, 2010; Khayat, 2010; Skarendahl et Petersson, 1999; Wallevik et Nielsson, 2003; Szwabowski, 1991; Kostrzanowska-Siedlarz et Gołaszewski, 2015]. Les bulles d'air ont du mal à persister dans les mélanges ayant une faible viscosité plastique et une faible contrainte seuil. Des corrélations ont été établies entre les paramètres rhéologiques d'un béton frais et la teneur en air où il a été constaté que la diminution de la contrainte seuil entraînait la diminution du volume d'air dans le béton frais [Kostrzanowska-Siedlarz et Gołaszewski, 2015]. Dans ce type de mélanges et sous l'effet de la poussée d'Archimède et celle de portance, les bulles d'air montent vers l'extérieur [Kostrzanowska-Siedlarz et Gołaszewski, 2015].

De plus, la stabilité du RBA semble être compromise par la ségrégation qui pousse le béton à perdre sa cohésion. Il est recommandé d'utiliser un AV pour améliorer sa rhéologie. L'augmentation de sa viscosité tend à réduire de façon considérable le mouvement des bulles d'air, ce qui tend à diminuer voire empêcher leur coalescence et/ou échappement [Khayat et Guizani, 1997, Khayat, 1998, Lachemi et al., 2003, Lachemi et al., 2004, Leemann et Winnefeld, 2007, Sahmaran, Christianto et Yaman, 2006, Prakash et Santhanam, 2006, Lachemi et al., 2004, Saric-Coric, Khayat et Tagnit-Hamou, 2003, Koehler et Fowler, 2007; Ferraris, 1999; Ferraris et al., 2017]. La cohésion et la stabilité du béton augmentent considérablement en présence de l'AV [Palacios et Flatt, 2016]. Néanmoins, il est recommandé d'utiliser un dosage plus élevé en AEA, principalement lorsqu'un AV est incorporé dans les mélanges de béton [Khayat, 2000, Beata Łaniewska-Piekarczyk, 2013].

Par ailleurs, dans un fluide, le comportement des bulles d'air est gouverné par la force de la viscosité, que ce soit sur un plan vertical pour empêcher leur échappement ou sur un plan horizontal pour ralentir leur déplacement. Dans les deux cas, la coalescence et l'échappement des bulles d'air ne se réalisent que lorsque les forces dominantes résultantes du bilan des forces l'emportent sur celle de la viscosité [Marchand et al., 1994; Wong et al., 2011; Bonnefoy, 2017]. Ainsi, la force de friction dépend entièrement de la viscosité. Lorsque le béton présente une viscosité élevée, la force de friction est suffisamment grande pour dominer devant la force de portance. Dans cette situation, la flottation des bulles d'air et la stabilité du RBA sont assurées et vice-versa. D'un point de vue thermodynamique, les bulles d'air ont tendance à fusionner, pour minimiser leurs énergies de surface, et former des bulles encore plus grosses [Pucci et al., 2015]. Leur instabilité (coalescence, échappement, etc.) devient instantanée avec une faible viscosité, tandis qu'avec une viscosité élevée, leur instabilité est réduite, voire éliminée.

D'autre part, dans le régime d'écoulement autour d'une bulle d'air, les forces principales agissant sur celle-ci sont les forces de viscosité et d'inertie, le rapport de ces deux paramètres détermine le nombre de Reynolds (faible  $Re$ ). Dans le cas du béton, son comportement est considéré laminaire lorsque les forces visqueuses dominent devant les forces d'inertie [Ralston et al., 2002; Bonnefoy, 2017]. Ainsi, nous comprenons que la viscosité occupe une place



importante dans le comportement des fluides et que sa variation tend vraisemblablement à influencer les différents éléments contenus dans ceux-ci (particules de fluide, bulle d'air, etc.).

### 2.7.6 Malaxage, transport, pompage et mise en place du béton

**Les modes de cisaillement** peuvent avoir une incidence sur le comportement des bulles d'air allant de faible à importante. Cette influence tend, selon l'intensité du cisaillement, à déstabiliser le RBA. Plusieurs recherches ont mentionné que même de très petites agitations peuvent déstabiliser le RBA [Johnston, 1994, MacInnis et Racic, 1986, Łązniewska-Piekarczyk, 2015, Pigeon et Pleau, 1995]. De plus, lorsque le béton est cisailé, ceci tend à influencer l'ensemble de ses propriétés rhéologiques, ce qui tend à se répercuter sur le comportement des bulles d'air et la stabilité du RBA [Ouchi et al., 2008; Takahashi et al, 2013; Bier et Takahashi, 2015; Feys et al., 2016]. En outre, le malaxage et le transport du béton sont des paramètres très importants qui comptent pour le maintien de la stabilité du RBA, autant que les autres caractéristiques. Ces derniers ne devraient pas être pris à la légère. Par ailleurs, le temps optimal nécessaire pour produire un maximum de bulles d'air semble varier selon le type de malaxeur utilisé. Bloem et Walker (1946) avaient constaté en utilisant un malaxeur ayant une capacité de 0,03 m<sup>3</sup> (30 litres), tournant à une vitesse de 16 trs/min, qu'après une période de 30 et 60 min de malaxage, la perte en matière de teneur en air était de respectivement 10 et 40 %. Taylor (1949), Gaynor et Mullarky (1974) ont pu obtenir des résultats relativement similaires [Plante, 1989].

De plus, **le transport du béton** dans les camions-malaxeurs, notamment sur de longues distances, cause une diminution de la teneur en air, notamment par temps chaud [Pigeon et Pleau, 1995; Komastka et al., 2004]. Whiting et Stark (1983) ont expérimenté le mode statique pour lequel ils ont conclu qu'un béton laissé au repos perdait généralement de 0,5 à 1 % d'air par heure, et que ce pourcentage tend à augmenter lorsque la teneur en air initiale du béton confectionné dépassait 6 %. Gaynor et Mullarky (1974) ont étudié la perte d'air sur un mélange de béton transporté par camion-malaxeur, agité avec une vitesse lente d'environ 4 trs/min pendant 2 heures. Les deux échantillons de contrôle prélevés après 150 et 600 trs ont révélés des pertes d'air de respectivement 20 et 40 %. Langan et Ward (1976) ont trouvé des résultats similaires où la perte après une heure de malaxage à faible vitesse était de 30 %. Toutefois, que

ce soit dans le cas du malaxage et/ou du transport, la littérature ne fait aucune mention de l'impact de ces variations sur les autres caractéristiques du RBA (facteur d'espacement, surface spécifique et fraction d'air efficace) [Plante, 1989].

Par ailleurs, les **opérations complémentaires** (mise en place, vibration, finition, etc.) sont souvent négligées, alors qu'elles devraient compter au même niveau d'importance que les paramètres précités. Par exemple, l'utilisation de convoyeurs tend à causer une diminution de la teneur en air de l'ordre de 1 % [Withing et Nagi, 1983; Kosmatka et al., 2004]. En outre, les travaux de consolidation du béton par vibration causent eux aussi une diminution de la teneur en air (Figure 2.31). De plus, la manipulation excessive du béton au moment de la finition, réduirait la teneur en air de la couche de surface, ce qui augmenterait le risque de son endommagement si elle est exposée à l'écaillage.

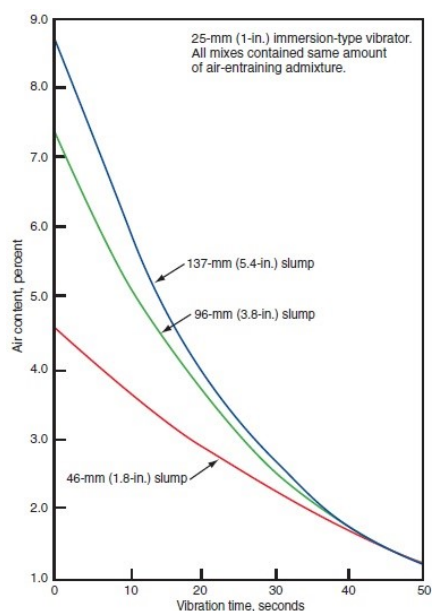
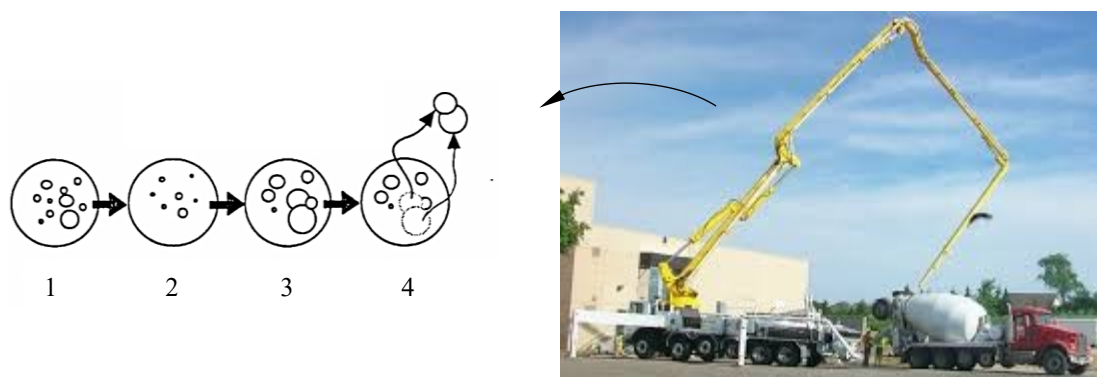


Figure 2. 31. Impact de la durée de la vibration sur la teneur en air [Kosmatka et al., 2004]

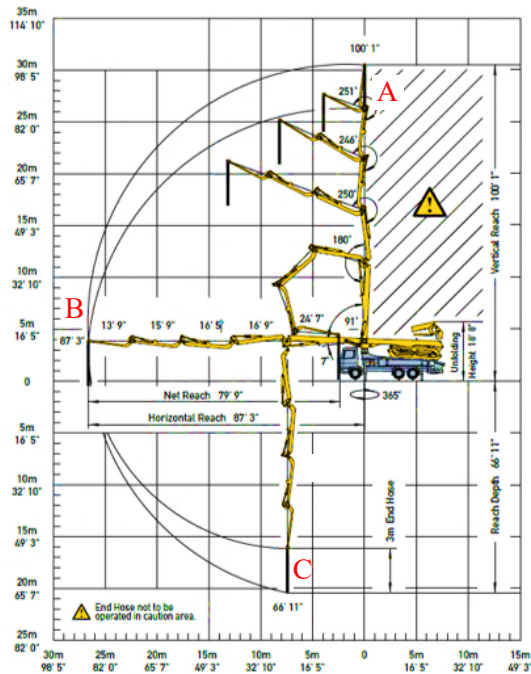
Par ailleurs, lors des **travaux de bétonnage**, l'utilisation d'une pompe à béton peut s'avérer nécessaire, ce type d'équipement occasionne souvent une instabilité du RBA, du fait que les opérations de pompage font subir au béton, en plus de la friction et du cisaillement, des efforts combinés de pressurisation et de dépressurisation répétitifs. Par conséquent, et dépendamment de la configuration qu'une pompe à béton pourrait prendre lors du bétonnage, des pertes d'air

sont constatées à la sortie de la trompe de pompage. Ainsi, une configuration verticale (Figure 2.32-A et C) pourrait occasionner une perte allant de 1 à 3 %, tandis qu'une articulation horizontale (Figure 2.32-B) pourrait provoquer une variation d'air évaluée à  $\pm 1$  %. Toutefois, les coudes, les sections réductrices et le dispositif de fermeture (mécanisme pour maintenir la trappe de sortie de la pompe fermée lorsque le pompage est interrompu), sont des techniques souvent employés pour garder une pression positive continue sur le béton (pressurisation) et ainsi contrer l'effet de la pression négative (dépressurisation). Par conséquent, si les moyens de mitigation sont absents, l'effet de la répétabilité des opérations de pressurisation et de relâchement (dépressurisation), finit par déstabiliser le RBA [Boulet, 1997; Dyer, 1991].



1 : État initial; 2 : Pressurisation; 3 : Dépressurisation; 4 : Consolidation

Figure 2. 32. Influence des opérations de pompage sur les bulles d'air [Dyer, 1991]



*A : Configuration verticale pour un bétonnage à des niveaux supérieurs*

*B : Configuration horizontale sous un obstacle*

*C : Configuration verticale pour un bétonnage à des niveaux inférieurs*

*D : Section réductrice munie d'une section en « S » et un dispositif de fermeture (mesures d'atténuation)*

Figure 2. 33. Les différentes configurations d'une pompe à béton

L'effet du couple pressurisation-dépressurisation pourrait influencer, à la fois, la teneur en air, le facteur d'espacement, la surface spécifique, la fraction d'air efficace, la forme des bulles d'air, etc. Celui-ci tend à déstabiliser leur répartition et peut conduire à leur implosion voire leur coalescence. La Figure 2.34 illustre les travaux de Ley (2016), durant lesquels un réseau de bulles d'air donné ( $\bar{L} = 500 \mu\text{m}$ ) avait été soumis à un couple de pressurisation de 35 Psi où il a été constaté la non-réversibilité des déformations occasionnées aux bulles d'air causant l'instabilité du RBA [Ley et al., 2016]. En outre, après dépressurisation le réseau de bulles d'air résultant n'était plus le même, et ce après seulement un seul cycle de pressurisation-dépressurisation. Plusieurs bulles ont subi des déformations et des variations dans leur positionnement spatial. Par conséquent, les dommages causés par un seul cycle se sont révélés considérables. Il est donc certain que les dégâts de plusieurs cycles de pressurisation-dépressurisation sur la stabilité du RBA seront désastreux.

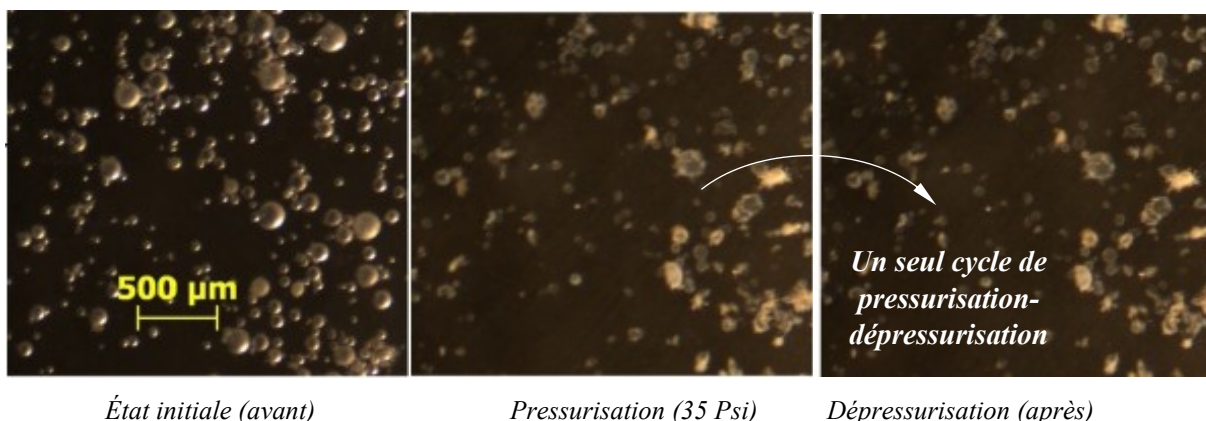


Figure 2. 34. Effet du  $\bar{L}$  lors de la pressurisation-dépressurisation sur les bulles d'air [Ley et al., 2016]

## 2.8 Influence des AEA sur les propriétés du béton

Les AEA n'interviennent pas que sur la tension de surface de l'eau pour uniquement stabiliser les bulles d'air formées, leur présence dans la suspension aqueuse influence également le béton et affecte plusieurs de ses propriétés, tant à l'état frais que durci, dont nous citons notamment les propriétés physique et mécanique, rhéologique, durabilité [Kosmatka et al., 2004; Dénommé, 2014]. De ce fait, un surdosage, dans le but de produire un RBA adéquat, pourrait tourner au désastre et affecter l'ensemble des autres propriétés. Une optimisation (équilibre) entre RBA et les autres propriétés doit être trouvée d'où la nécessité d'expérimenter les formulations souhaitées avant leur production.

Concernant le **comportement physique et mécanique**, il a été constaté qu'une augmentation de 1 % de la teneur en air entraînerait, à la fois, une diminution d'environ 5 % de la résistance en compression (Figure 2.35), une baisse de 3 % de la résistance en flexion et une réduction, variant entre 0,72 et 1,38 GPa, du module élastique. De plus, et au moment où celle-ci influence négativement l'adhérence entre le béton et les barres d'armature, elle n'a pas ou très peu d'effet sur l'absorption, le fluage, le retrait de séchage et la perméabilité [Kosmatka et al., 2004; Dénommé, 2014].

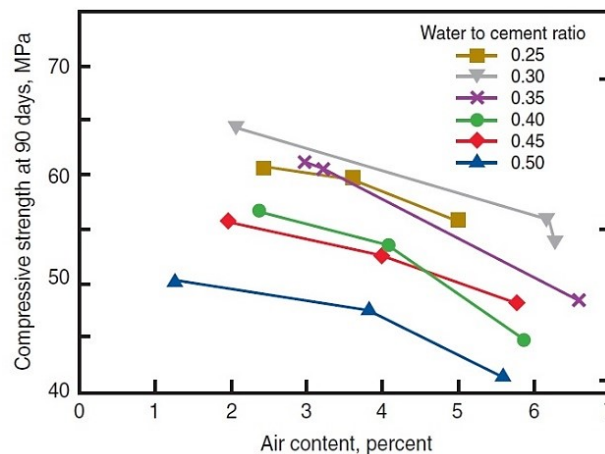


Figure 2. 35. Influence de la teneur en air sur la résistance à la compression du béton [Kosmatka et al., 2004]

De plus, en ce qui a trait à **la rhéologie** du béton, la teneur en air influence également les paramètres rhéologiques du béton où son augmentation tend à améliorer la maniabilité du béton. Cette amélioration vient du fait que, les microbulles une fois adsorbées sur les grains de ciment empêchent ces derniers de s'agglomérer en formant des ponts-bulles communément appelés ***ponts ioniques***. Ainsi, les bulles d'air par leurs formes sphériques, jouant le rôle d'un engrenage à billes, influencent le béton en le rendant plus maniable et plus fluide, cette résultante tend à réduire à la fois la contrainte seuil et la viscosité plastique (Figure 2.36). Par ailleurs, cette même augmentation de la teneur en air peut causer à la fois une diminution du ressuage et de la masse volumique. Néanmoins, celle-ci n'a aucun effet sur la chaleur d'hydratation [Kosmatka et al., 2004].

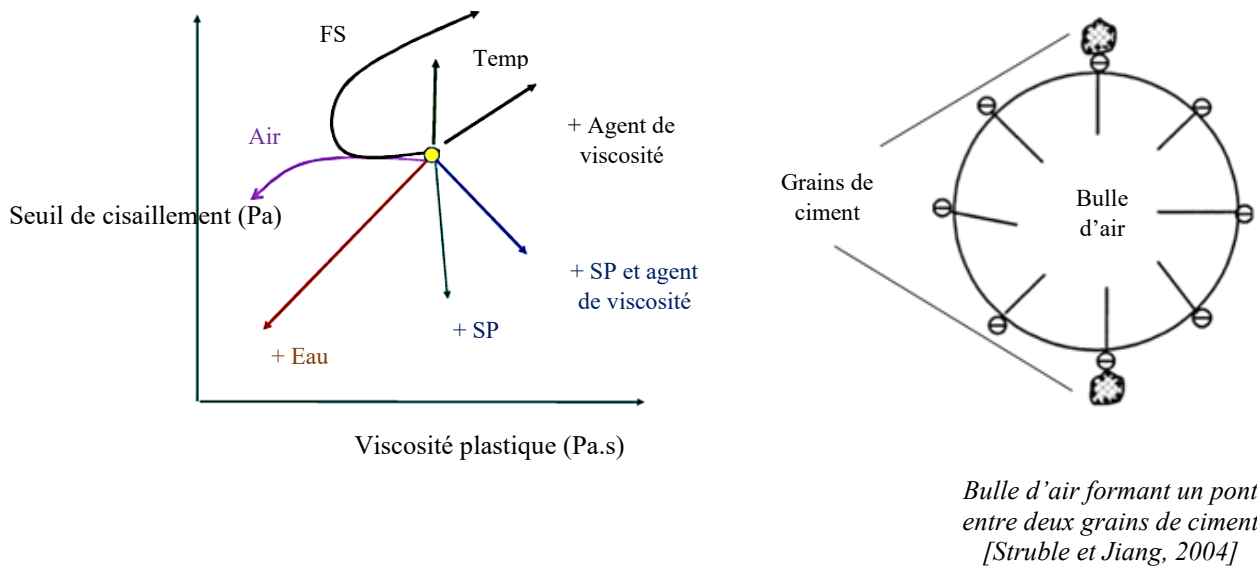


Figure 2. 36. Influence des bulles d'air sur la rhéologie du béton

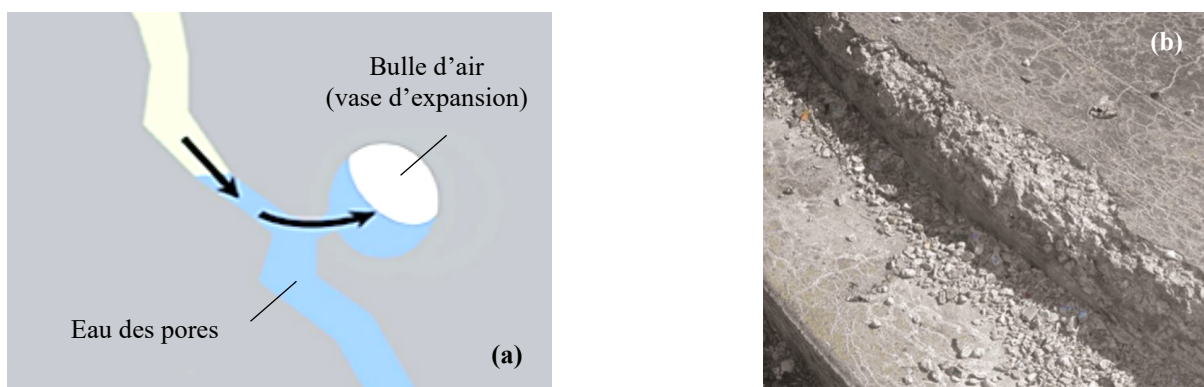
Par ailleurs, la teneur en air n'influence pas seulement le comportement du béton à l'état frais (propriétés rhéologiques), mais tend également à influencer son comportement à l'état durci, ce qui est en lien avec sa **durabilité**. C'est d'ailleurs pour cette raison que l'emploi des AEA, dans le béton, est fortement recommandé. Ceci serait dans le but de lui procurer une plus grande longévité. Ainsi, en présence d'un RBA adéquat, les bulles d'air tendent à améliorer la résistance du béton face aux cycles de gel-dégel, à l'écaillage et contre la réaction alcali-silice. Toutefois, celles-ci n'ont pas d'effet sur la résistance à l'abrasion [Kosmatka et al., 2004].

## 2.9 Phénoménologie de la protection contre le gel

Afin que nous puissions juger de l'importance que nous réservons à l'étude de ces nombreux problèmes entourant l'utilisation des AEA et ceux du réseau d'air qui en résulte, notamment dans le cas des BAP, il serait opportun de se pencher sur les raisons pour lesquelles nous employons ces microbulles d'air dans les matrices cimentaires. Les bétons composés de RBA instable voient leur durabilité compromise, particulièrement lorsqu'ils sont exposés autant aux cycles de gel-dégel qu'à l'écaillage. La détérioration du béton provoquée par cette pathologie est attribuée principalement à la présence du gel à l'intérieur du béton (Figure 2.37).



De plus, les dommages occasionnés pourraient s'accroître en présence des sels de déglacage, épandus en période hivernale, qui agissent principalement à la surface du béton. De ce fait, les désordres provoqués pourraient se manifester sous deux formes, selon les détériorations constatées : 1) d'une part au cœur du béton par l'action du gel expansif causant la fissuration interne de la matrice cimentaire; 2) d'autre part, par l'écaillage de la surface du béton en contact avec le milieu extérieur qui résulte en l'éclatement de la surface [Pigeon et Pleau, 1995; Gagné et Linger, 2008; Bouteille, 2013].



(a) : Vase d'expansion; (b) : Décohésionnement et effritement du béton sous l'effet des cycles de gel-dégel

Figure 2. 37. Rôle et influence des bulles d'air [Gagné et Linger, 2008]

En l'absence d'un RBA bien réparti et sous l'effet de l'accroissement du volume qui accompagne la transformation de l'eau en glace, la pression exercée par le gel et empêchée par le confinement du béton conduit inévitablement au développement de contraintes internes qui dépassent la résistance en traction du béton (Tableau 2.2). Ceci conduit à l'apparition de microfissures qui finissent par se propager à l'ensemble de la matrice cimentaire.

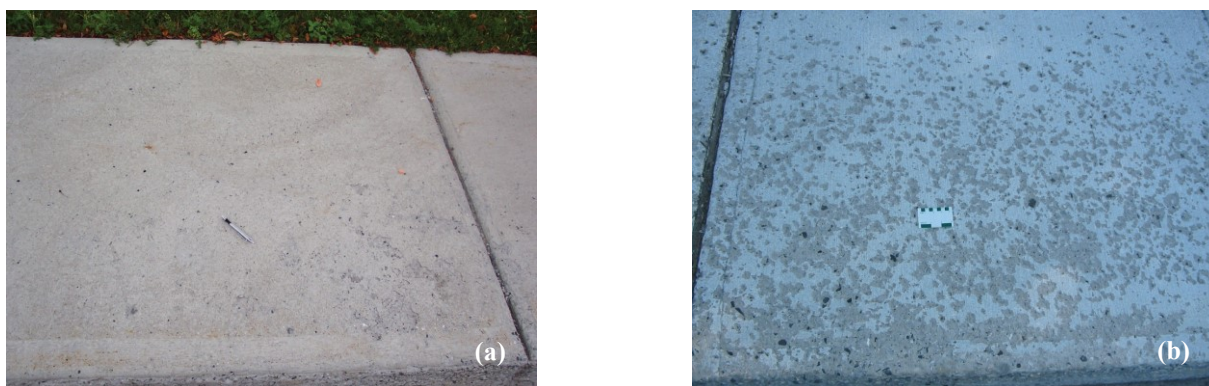
Table 2. 2. Contraintes générées par le gel à l'intérieur du béton [Dénomme, 2014]

Température (°C)	Contrainte (MPa)
0	0
-10	119
-20	190

Par ailleurs, l'écaillage est défini comme étant un désordre qui n'affecte que la surface du béton. Il est généré par la combinaison des cycles de gel-dégel et les sels fondants en présence



d'humidité. Généralement, la détérioration par désagrégation commence par toucher des petites zones localisées causant un léger écaillage. Sous l'effet combinatoire d'une exposition prolongée aux sels de déglacage et aux cycles de gel-dégel, cette détérioration tend à s'accroître pour être généralisée à toute la surface du béton provoquant un écaillage dit sévère (Figure 2.38) [Gagné et Linger, 2008; ABQ, 2014].



(a) : léger; (b) : sévère

Figure 2. 38. Écaillage du béton sous l'effet des cycles de gel-dégel [ABQ, 2014]

Les mécanismes illustrant les deux phénomènes (Figure 2.39), bien qu'ils ne permettent pas de les expliquer avec exactitude, nous permettent tout de même de tirer plusieurs principes fondamentaux nécessaires qui convergent tous vers la même affirmation, qu'il est important de produire un béton à air entraîné avec un facteur d'espacement optimal et une surface spécifique adéquate. Cela a pour effet de raccourcir au maximum le trajet que l'eau devait parcourir de la zone des pores capillaires jusqu'aux bulles d'air [Gagné et Linger, 2008].

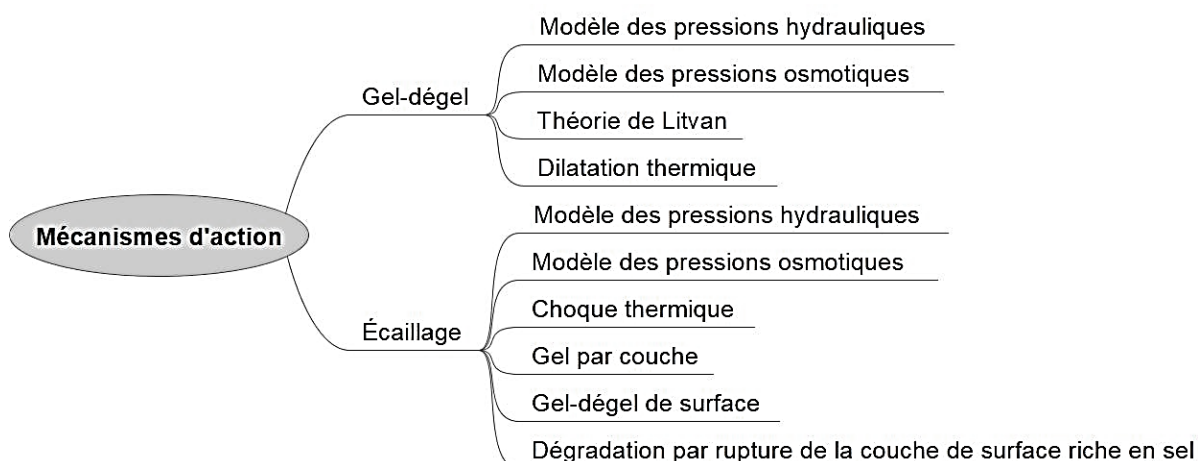


Figure 2. 39. Principaux modèles descriptifs des mécanismes d'action du gel-dégel et de l'écaillage

## 2.10 Instabilité du réseau de bulles d'air

Lors de la production d'un béton, les problèmes en lien avec l'instabilité de son RBA peuvent apparaître à n'importe quel moment. Ainsi, ces derniers peuvent survenir durant la fabrication, le transport, pendant ou après la mise en place. Cette instabilité pourrait être due à plusieurs facteurs, notamment à l'incompatibilité chimique des AEA avec le type de liant choisi et/ou avec les autres adjuvants incorporés dans le béton, au squelette granulaire, à l'effet du transport ou à la méthode de mise en place, etc. L'instabilité du RBA pourrait se manifester selon 3 modes distincts [Boulet, 1997; Du et Folliard, 2005; Wong et al., 2011; Neville, 2011] :

- Échappement à la surface
- Dissolution de l'air dans l'eau
- Coalescence des bulles d'air

### 2.10.1 Expulsion des bulles d'air

Durant le transport, au moment de la consolidation du béton ou même lorsque ce dernier est au repos, sous l'effet de la poussée d'Archimède, les bulles d'air tendent à s'échapper vers la surface. Ce mécanisme est régi par la taille des bulles (volume) où la résultante de l'ensemble des forces exercées sur une bulle est proportionnelle à son diamètre. Cette résultante est composée de deux forces opposées, soit la poussée d'Archimède ( $F_{PA}$ ) et la force de friction

( $F_F$ ). Cette dernière est représentée sous forme de colonne occasionnée par le contact entre la bulle et le fluide avoisinant (Figure 2.40). Les bulles ayant de petites dimensions voient leurs forces opposées s'annuler (équilibre), tandis que pour les plus grosses bulles, la poussée d'Archimède dépasserait la force de friction. Ainsi, plus les bulles sont grosses, plus leur échappement devient facile [Marchand et al., 1994; Wong et al., 2011]. Afin de déterminer les facteurs qui peuvent affecter la force de friction, il faut retourner à l'énoncé de son expression mathématique donnée à la section (2.12.3.), qui démontre que celle-ci est influencée principalement par la surface de contact et le coefficient de portance qui dépendent entièrement de la viscosité et de l'inertie du béton, autrement dit le nombre de Reynolds.

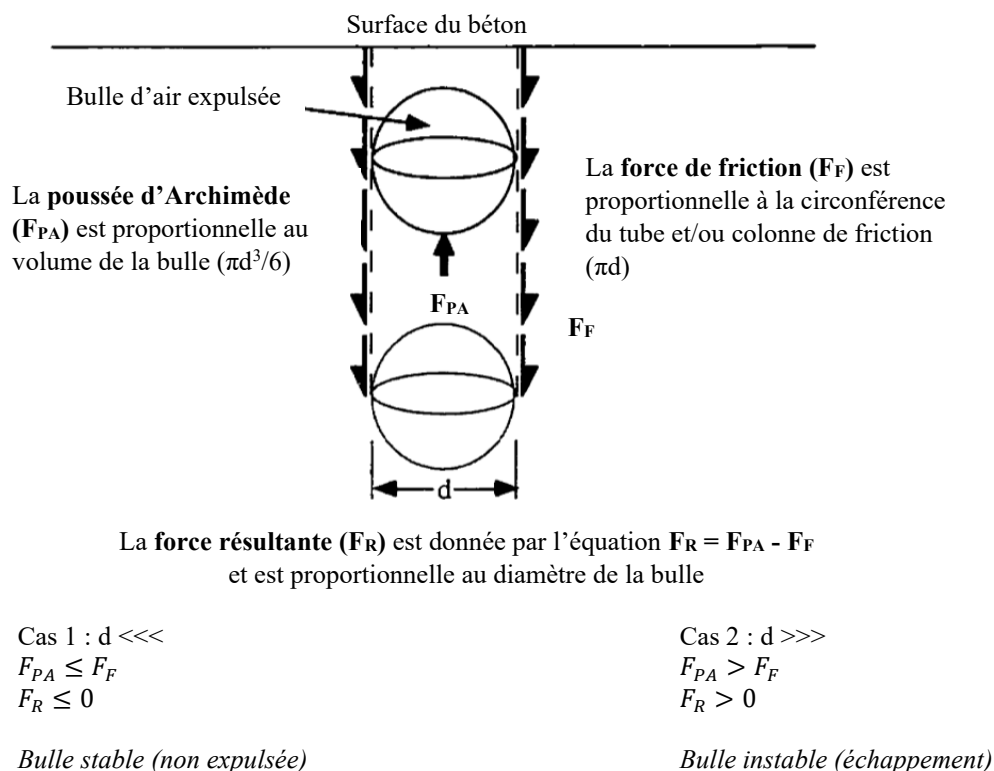


Figure 2. 40. Forces d'influence lors de l'expulsion des bulles [Marchand et al., 1994; Boulet, 1997]

## 2.10.2 Dissolution de l'air dans l'eau

La dissolution de l'air dans les liquides dépend de la pression d'air à l'intérieur des bulles, qui est inversement proportionnelle à son rayon (équation 2.15). Ce mécanisme est défini par la loi de Laplace, qui stipule que l'énergie «  $W$  », considérée comme étant le travail fourni par les

pressions interne et externe qui vient compenser celui des forces générées à la surface de la bulle «  $S$  » (tension superficielle) est donné par l'équation 2.12:

$$dW = \sigma dS \quad (2.12)$$

Ainsi, pour que les bulles puissent se former, il est nécessaire que les forces que l'air, contenu dans la bulle, exerce sur le fluide et les forces que le fluide applique sur la bulle d'air soient en parfait équilibre (Figure 2.41-a) [Dodson, 1990; Kohler, 2014].

$$F_p - F_\sigma = 0 \quad (2.13)$$

Pour  $\theta \ll \pi$  :  $\sin(\theta/2) \approx R/r$

$$2 \pi R \sigma \left(\frac{R}{r}\right) = \pi R^2 \sigma \left(\frac{2}{r}\right) \quad (2.14)$$

$$2 \pi R^2 \sigma (P_d - P_0) - \pi R^2 \sigma \left(\frac{2}{r}\right) = 0$$

$$P_d - P_0 = 2 \frac{\sigma}{r} \quad (2.15)$$

$P_0$  : pression du liquide environnant (pression atmosphérique et hydrostatique)

$2 \frac{\sigma}{r}$  : surpression (expansion) induite à l'intérieur de la bulle considérée dans cette équation comme étant une goutte ( $r_1 \approx r_2$ ). En réalité, une bulle d'air est formée d'une coquille composée de deux membranes ayant deux rayons  $d_1$  et  $d_2$  (Figure 2.41-b). En outre, la différence entre les deux pressions interne et externe doit compenser la force de la tension superficielle conduite par les deux membranes. Ainsi, l'équation d'équilibre (2.15) devient :  $P_d - P_0 = 2 * 2 \frac{\sigma}{r} = 4 \frac{\sigma}{r}$ , où :  $r = \frac{r_1 + r_2}{2}$ . Ce principe est adopté dans le cas où la pression d'air est d'autant présente à l'intérieur qu'à l'extérieur, ce qui permet à l'action hydrophobique de former une double couche à l'interface air-fluide, comme c'est le cas d'une bulle de savon par exemple (Figure 2.41-c) [Bonnel, 2006]. Néanmoins, dans le cas du

béton, étant donné que le milieu extérieur est composé d'une solution aqueuse, seule l'expression de l'équation (2.15) sera adoptée.

$P_d$  : pression de l'air contenu à l'intérieur de la bulle

$R$  : l'opposite de l'angle  $\theta/2$

$r$  : rayon de la bulle

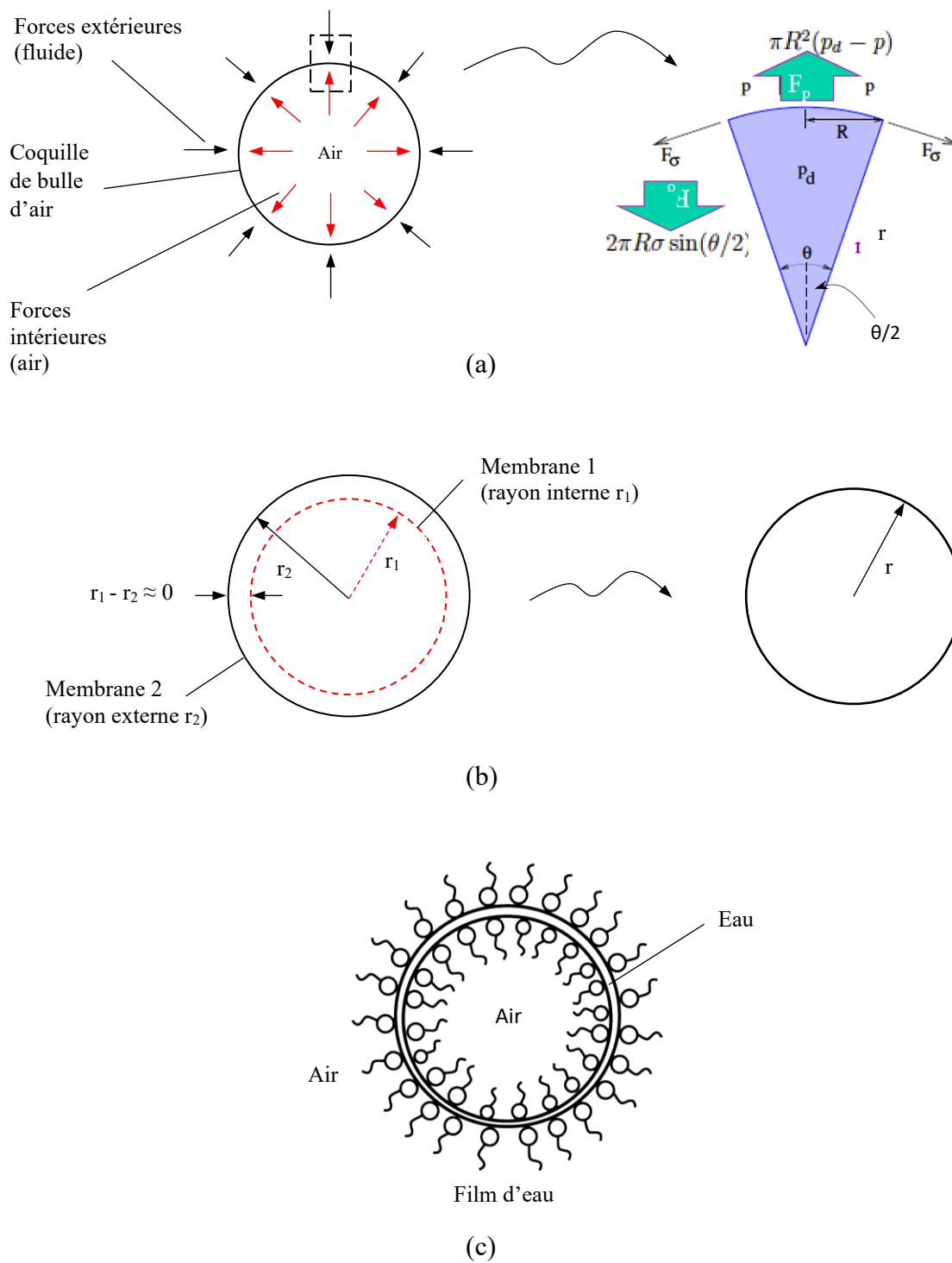


Figure 2. 41. Dissolution des bulles (équilibre des forces) [Bonnell, 2006; Kohler, 2014]

La Figure 2.42 illustre la relation entre la pression dans une bulle et la capacité de la solubilité de l'air emprisonné à l'intérieur de celle-ci en fonction de son diamètre. Ainsi, nous pouvons constater que pour un diamètre inférieur à 10  $\mu\text{m}$  la pression à l'intérieur de la bulle est à son maximum, plongeant la solubilité de son air dans un état critique. Néanmoins, les deux paramètres tendent à se stabiliser avec l'augmentation du diamètre de la bulle. Ceci explique pourquoi les bulles de très petite taille ne subsistent que difficilement dans le béton frais [Mielenz et al., 1958; Nakamura et Tanaka, 1990; Boulet, 1997, Khayat et Assaad, 2002].

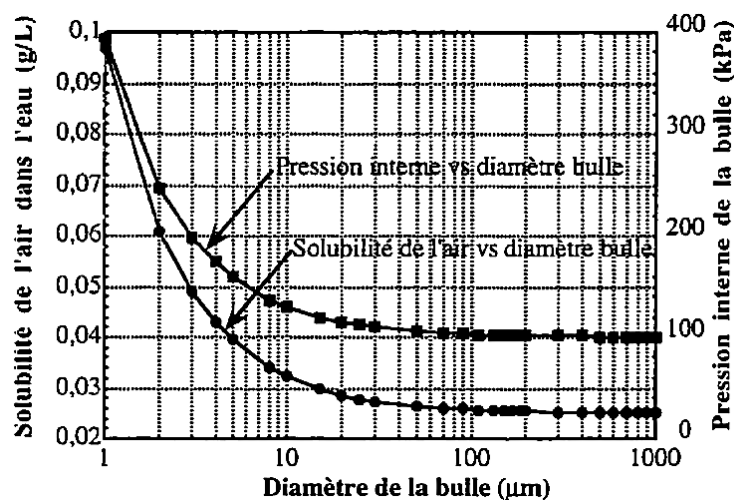


Figure 2. 42. Relation entre la pression interne d'une bulle et la solubilité de son air en fonction de son diamètre à 20°C [Mielenz et al., 1958; Boulet, 1997]

### 2.10.3 Coalescence des bulles d'air

La coalescence, définie comme étant la fusion de deux ou plusieurs bulles, est caractérisée principalement par la force cohésive qui assemble les molécules à la surface. Lors du contact entre deux bulles, l'agencement de leurs molécules s'active afin d'optimiser la surface résultante sous l'action de la tension superficielle de manière à minimiser au maximum leurs énergies [Bonnel, 2006; Thompson, 2011]. À cet effet, les deux bulles tendent à se fusionner pour réduire leur surface. Cette réorganisation tend à drainer le liquide présent entre les deux bulles, ce qui cause la rupture du film interfacial. La formation de plus grosses bulles et l'augmentation du facteur d'espacement qui s'ensuivent réduisent considérablement la durabilité du béton. Le comportement de coalescence est gouverné par les propriétés du film interfacial. Ces propriétés

sont régies principalement par son épaisseur et sa résistance, qui tendent à influencer la stabilité du RBA. Ainsi, l'efficacité de la coalescence après collision partielle dépend du temps que le contact entre les deux bulles dure, comparé à celui nécessaire pour drainer tout le liquide présent entre celles-ci. Le mécanisme de coalescence pourrait se manifester et s'exécuter en 5 étapes distinctes [Ivanov, 1980] :

- Étape 1** Le mouvement des bulles s'effectue sans interaction hydrodynamique. Les bulles tendent à se rapprocher, et leur vitesse est donnée par la loi de Stokes (Figure 2.43-1);
- Étape 2** L'attirance entre les deux bulles est plus que significative, l'interaction hydrodynamique s'active causant une légère déformation des deux bulles (Figure 2.43-2);
- Étape 3** Sous l'effet de cette interaction, les bulles se rapprochent davantage causant une déformation plus prononcée. La déformation étant plus rapide que le drainage du liquide présent entre les deux interfaces des deux bulles, une partie de celui-ci reste emprisonnée entre les deux bulles formant un creux (Figure 2.43-3);
- Étape 4** Drainage du liquide présent entre les deux bulles, disparition du creux et formation d'un film de liquide quasi plan (Figure 2.43-4);
- Étape 5** Activation des forces attractives de Van der Waals et la rupture du film qui s'effectue aussitôt qu'il aurait atteint une épaisseur critique d'environ une dizaine de nanomètres (Figure 2.43-5).

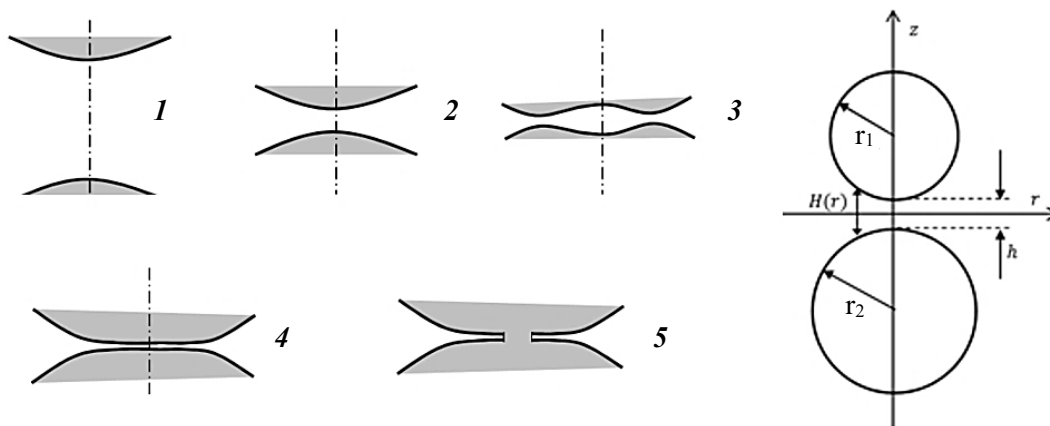


Figure 2. 43. Mécanisme de coalescence [Ivanov, 1980; Ferchichi, 2013]



En présence de surfactants la thématique de ce phénomène reste, à quelques détails près, inchangée. Ainsi, les forces hydrodynamiques, induites par l'énergie cinétique du fluide en mouvement lors des opérations de malaxage et/ou de cisaillement, agissent pour causer le rapprochement et le fusionnement des bulles d'air ou, dans le cas contraire, leur séparation (fractionnement) et éloignement. Un paramètre essentiel gouverne l'efficacité de cette interception (contact) communément appelé **nombre de Weber**. Celui-ci détermine le rapport entre les contraintes de cisaillement inertielles et les contraintes interfaciales (forces de capillarité/tension de surface) [Nguyen et Schulze, 2003; Pugh, 2006]. L'expression du nombre de Weber, pour une seule bulle, est donnée par l'équation suivante :

$$We_1 = \frac{\text{Contraintes de cisaillement}}{\text{Contraintes interfaciales}} = \rho_f V_b^2 \frac{r}{\sigma} \quad (2.16)$$

Où,  $\rho_f$  : masse volumique du fluide (kg/m<sup>3</sup>)  
 $V_b^2$  : vitesse de la bulle en mouvement (m/s)  
 $r$  : rayon de la bulle (m)  
 $\sigma$  : tension de surface de la bulle (N/m)

Par ailleurs, lorsqu'il s'agit de deux bulles ou plus, l'expression mathématique du nombre de Weber change et devient [Duineveld, 1995; Pugh, 2006] :

$$We_2 = \rho_f \frac{V_b^2}{\sigma} \left( \frac{1}{r_{b1}} + \frac{1}{r_{b2}} \right) \quad (2.17)$$

Où,  $r_{b1}$  et  $r_{b2}$  : rayon des deux bulles (m)

Le nombre de Weber ( $We$ ) est par la suite comparé à une valeur optimale dite critique «  $Wcr$  » où dépendamment du résultat de leur rapport. Celui-ci devient un indicateur pour statuer sur l'action attractive (coalescence) et/ou répulsive (séparation) naissante entre deux ou plusieurs bulles (Figure 2.44). Ainsi, deux situations possibles peuvent se présenter :

- Lorsque  $We > Wcr$  : séparation et éloignement
- Lorsque  $We < Wcr$  : fusionnement et coalescence

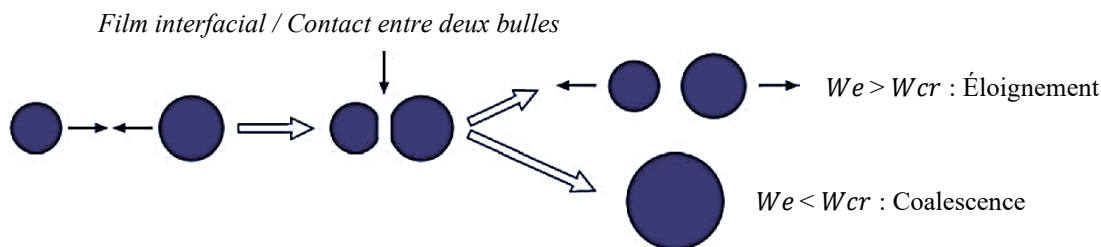


Figure 2. 44. Influence du rapport  $We/W_{cr}$  sur la coalescence [Pugh, 2006]

Les bulles d'air ont tendance, sous l'influence de ces multiples forces (contraintes), à se déformer. À ce stade-ci, les contraintes interfaciales (tension de surface) interviennent et tendent à contrer cette déformation pour rétablir l'équilibre de ces microbulles. Ainsi, comme nous l'avons abordé dans les mécanismes de coalescence, les cinq étapes susmentionnées sont parallèlement accompagnées par un agencement, une réorganisation et une redistribution des molécules du surfactant qui peuvent subir à la fois glissement (anciennes molécules adsorbées), réadsorption (nouvelles molécules présentes dans la solution aqueuse) et diffusion, et ce, dans le but d'ouvrir le passage au contact entre les deux bulles pour permettre l'interception sous l'effet des forces de Van der Waals (Figure 2.45).

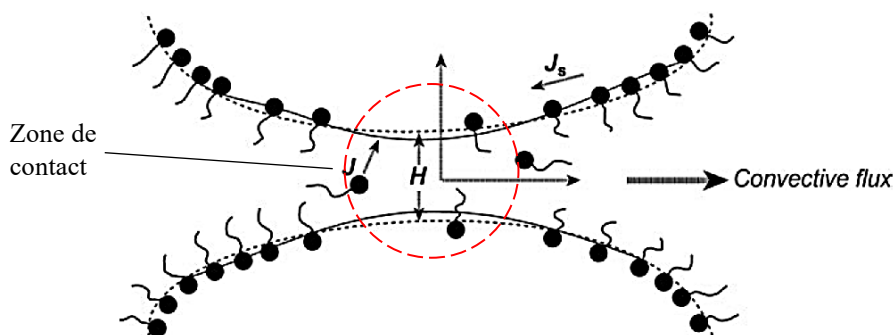


Figure 2. 45. Réarrangement moléculaire pour permettre la fusion [Pugh, 2006]

Les zones de contact semblent être les endroits qui subissent le plus de changement (réarrangement de molécules, diffusion, etc.), pour justement permettre la nucléation afin de réussir la coalescence. Dans le cas d'une fusion entre deux bulles, la coalescence est accompagnée par la dissipation d'un surplus d'énergie sous forme d'oscillations vibratoires

(Figure 2.46), induite par l'effet de la fusion et suivie par une diminution de l'énergie de surface [Pugh, 2006].

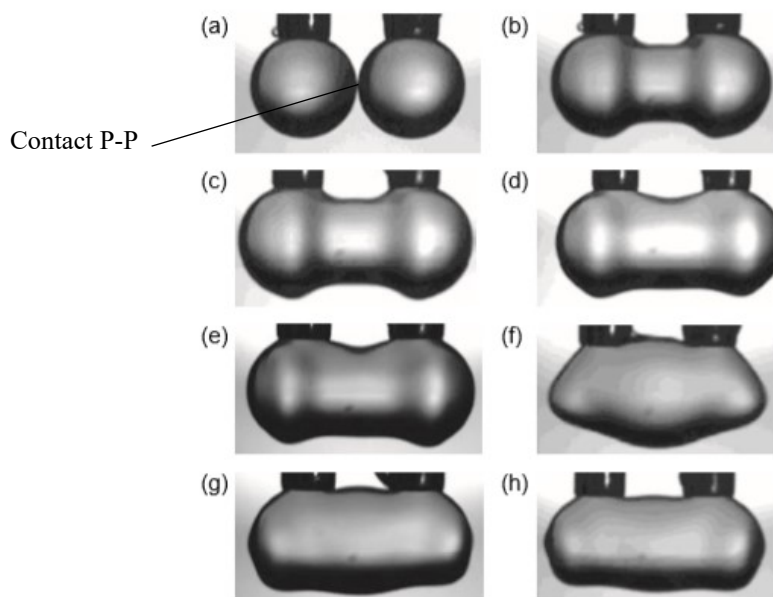


Figure 2. 46. Oscillation lors du contact de type pointe-pointe [Pugh, 2006]

Par ailleurs, le contact constaté lors d'une convergence entre deux bulles, indépendamment de leur plan de rapprochement, qu'il soit vertical, horizontal ou incliné (Figure 2.47), l'interception se produit avec un contact de type **pointe-pointe** (P-P). Tandis que celui observé entre plusieurs bulles serait de type **extrémité-extrémité** (E-E), du fait que chacune des bulles tend à s'appuyer sur 2 points de contact ou plus. Le contact de 3 bulles par exemple, s'effectue à trois endroits. Dans ce cas précis, le mécanisme de leur fusion correspond plutôt à une fermeture éclair (fermeture à glissière), qui débute aux extrémités des bulles en allant vers leur centre, tout en drainant le fluide emprisonné entre ces microbulles pour n'en former à la fin, qu'une seule plus grosse bulle (Figure 2.48). Dans cette situation, il est possible que les bulles d'air convergent simultanément ou successivement les unes par rapport aux autres. De plus, les bulles d'air convergentes pourraient avoir différentes tailles, comme elles peuvent avoir des tailles similaires. Ceci affecte bien évidemment la cinétique de leur fusion causant une rupture simultanée ou différée du film interfacial.

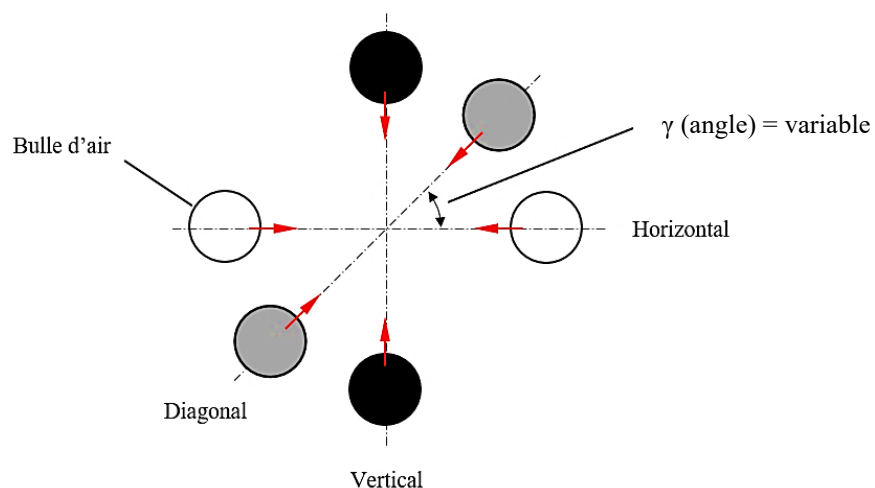
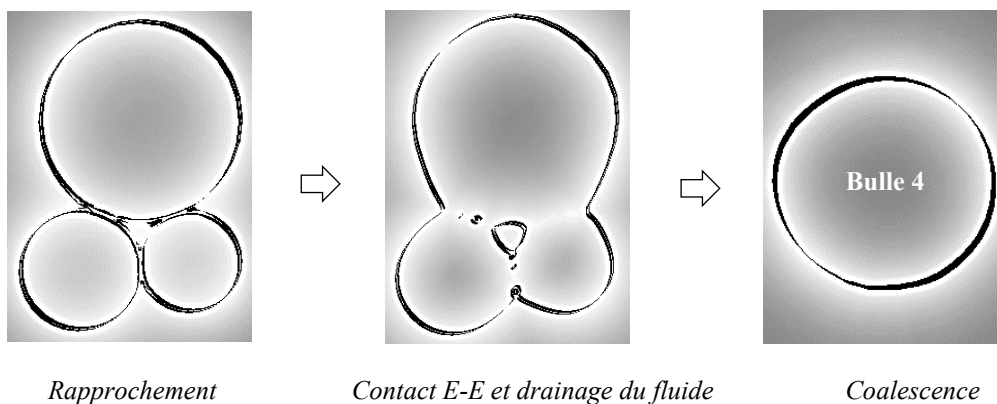
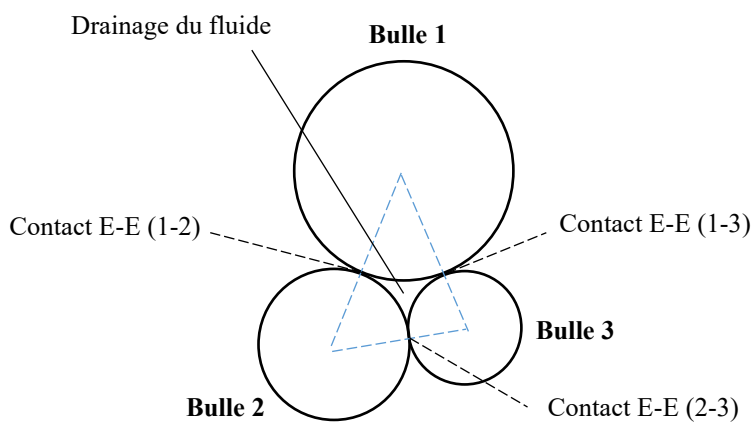


Figure 2. 47. Différents plans de convergence et de coalescence



*Rapprochement*      *Contact E-E et drainage du fluide*      *Coalescence*  
Figure 2. 48. Contacts extrémité-extrémité lors de la coalescence de plusieurs bulles

## 2.11 Les fluides complexes

Les fluides complexes sont généralement des mélanges binaires associant deux phases ou plus à la fois. La coexistence de ces deux phases que ce soit solide-liquide, solide-gaz, liquide-gaz ou liquide-liquide, peut influencer le comportement de leur écoulement. Dans le domaine des fluides, il existe deux grandes familles, les fluides newtoniens et non newtoniens. Dans la première famille, la viscosité ne dépend pas de la contrainte appliquée qui tend à rester constante. Ces fluides ne nécessitent aucune contrainte seuil pour s'écouler, alors que dans la seconde, la viscosité dépend de la contrainte exercée, et ce type de fluides nécessitent l'application d'une contrainte seuil pour initier leur écoulement.

Le béton frais est considéré comme étant un fluide non newtonien, dû notamment à son comportement thixotropique et évolutif dans le temps. Celui-ci n'adopte pas un comportement linéaire où sous l'action de contraintes constantes, ce dernier voit sa viscosité apparente variée dans le temps. Ainsi, la viscosité n'évolue pas proportionnellement, comme c'est le cas des fluides newtoniens, mais plutôt exponentiellement [Poryles, 2017].

La stabilité du RBA, étroitement liée à la flottabilité des bulles d'air, représente un problème majeur thermodynamiquement parlant. Leurs interactions font interagir des lois physico-chimiques d'une grande complexité. Ainsi, la thermodynamique via la mécanique des fluides tend à expliquer les phénomènes entourant le comportement de ces bulles à l'intérieur du béton. Le problème réel d'une bulle avec interface air-liquide serait fonction de l'équilibre de l'ensemble de ses forces. Ces dernières tendent à augmenter avec l'augmentation de son volume (bulle). En outre, pour assurer l'intégrité des bulles d'air formées et leur flottation dans le béton, plusieurs conditions devraient être réunies, faisant participer plusieurs mécanismes, à la fois dynamique, cinétique et même énergétique [Ralston et al., 2002].

### 2.11.1 Viscosité et inertie

La viscosité dynamique qui caractérise la résistance à l'écoulement laminaire (écoulement dans la même direction où les couches de fluide restent parallèles) d'un fluide incompressible (masse

volumique constante) influence grandement l'écoulement du béton considéré comme étant un fluide visqueux.

La viscosité est définie comme étant la friction entre les couches du fluide en mouvement. Elle dépend de la vitesse relative des couches les unes par rapport aux autres. Alors que l'inertie est définie comme étant la résistance d'un corps donné au mouvement, sous l'influence de sa masse. La prise en compte de la viscosité dans le bilan dynamique est déterminée par l'équation de Navier-Stokes, qui définit la loi du mouvement des fluides visqueux. Deux principaux paramètres se démarquent parmi tant plusieurs dans cette équation, le premier lié à ***l'inertie*** et le second a un lien direct avec la ***viscosité***. Le nombre de Reynolds est défini comme étant le rapport entre les forces d'inertie par les forces de viscosité [Ralston et al., 2002] :

$$Re = \frac{Inertie}{Viscosité} \quad (2.18)$$

L'écoulement aux frontières d'une bulle pourrait se réaliser à des vitesses variables dépendamment de la viscosité du béton. Cette variabilité entraîne une variation proportionnelle de la vitesse avec le nombre de Reynolds et influence différemment le comportement du fluide au voisinage de la bulle d'air où nous distinguons 3 situations possibles [Louisnard, 2012] :

- Cas 1      Lorsque la vitesse de l'écoulement est faible, les lignes représentant les tranches de fluide se superposent parallèlement et uniformément formant une symétrie par rapport au plan horizontal, en amont comme en aval de l'obstacle. Ce comportement, à un faible nombre de Reynolds, correspond à un comportement **laminaire** (Figure 2.49-a). Ainsi, les forces visqueuses l'emportent sur les forces inertielles.
- Cas 2      Aussitôt que la vitesse augmente, les lignes de courant du côté aval changent, formant une zone tourbillonnante de recirculation stable. À cet endroit, la vitesse de recirculation diffère de celle de l'écoulement. Ce phénomène est communément appelé **décollement de la couche limite**, caractérisé par l'apparition d'un sillage derrière l'obstacle (Figure 2.49-b).

Cas 3 Pour des vitesses d'écoulement très élevées, le sillage devient turbulent. Ce comportement caractérisé par un régime **turbulent** correspondant à un grand nombre de Reynolds (Figure 2.49-c). Ainsi, les forces inertielles dominent devant les forces de viscosité.

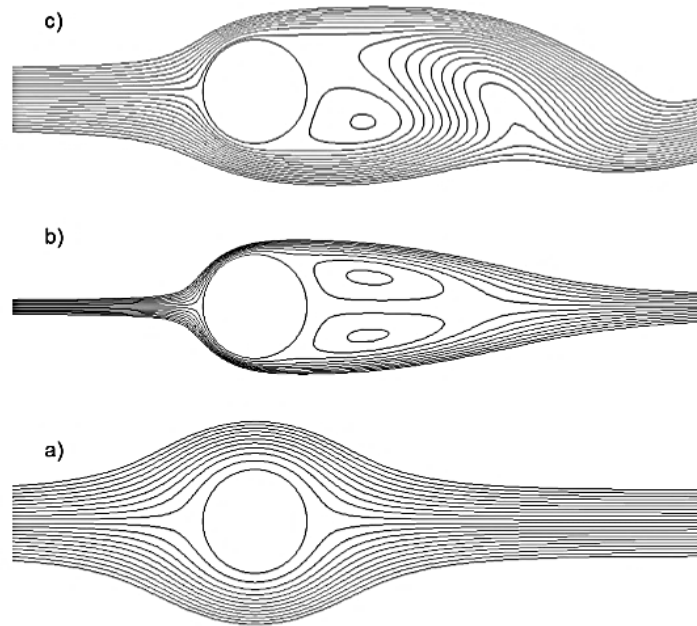


Figure 2. 49. Régime d'écoulement des fluides expérimenté sur un cylindre [Ozugul, 2006]

## 2.12 Forces agissant sur une bulle d'air dans un fluide

Les forces pouvant influencer une bulle d'air dans un fluide peuvent être classées en plusieurs catégories. Quelques-unes s'appliquent à la surface de la bulle et concernent sa tension superficielle, tandis que d'autres proviennent de l'intérieur et/ou de l'extérieur et concernent essentiellement les forces hydrostatiques et hydrodynamiques. Ces forces modifient, à la fois, la forme des bulles et causent leurs collisions voire leurs coalescence, expulsion ou dissolution. En outre, la force totale qui régit le comportement d'une bulle n'est que la somme de toutes les forces partielles qui agissent sur elle (Figure 2.50). Ainsi, la résultante détermine l'orientation de la bulle lors de son mouvement [Bonnefoy, 2017]. La force totale agissant sur une bulle est donnée par l'équation (2.19).

$$F_{TOTALE} = F_{PA} + F_{VdW} + F_T + F_P + F_{BB} + F_{MA} \quad (2.19)$$

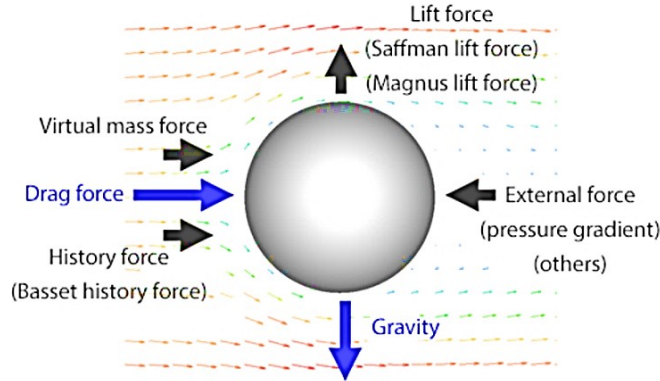


Figure 2. 50. Ensemble des forces agissant sur une bulle [Bonnefoy, 2017]

Où,  $F_{PA}$  : force de la poussée d'Archimède  
 $F_{VdW}$  : forces de Van der Waals  
 $F_T$  : force de traînée visqueuse  
 $F_P$  : force de portance  
 $F_{BB}$  : force de Basset-Boussinesq ou d'histoire  
 $F_{MA}$  : force de la masse ajoutée

### 2.12.1 Poussée d'Archimède

La poussée d'Archimède représente la résultante des forces hydrostatiques appliquées sur la surface d'une bulle (corps immergé), corrigée par la force gravitationnelle ( $g = 9,81 \text{ m.s}^{-1}$ ). Son expression mathématique est donnée par l'équation suivante :

$$F_{PA} = -\frac{4}{3} (\pi r^3 \rho g) \quad (2.20)$$

Au moment où la force d'Archimède tend à pousser la bulle vers le haut, la force de friction tend à la retenir. L'équilibre parfait entre ces deux forces assure alors à la bulle une parfaite flottabilité. Ainsi, cette poussée est influencée par le volume de la bulle et reste proportionnelle à son rayon [Ferchichi, 2013; Bonnefoy, 2017].



Où,  $r$  : rayon de la bulle  
 $\rho$  : masse volumique  
 $g$  : force de gravité

### 2.12.2 Les forces de Van der Waals

Dans un fluide, ces forces représentent une combinaison de plusieurs mini-forces d'attraction qui tendent à maintenir les bulles proches les unes des autres. Leurs interactions interviennent à l'échelle moléculaire (3D) dans le but de former une structure bien ordonnée [Ferchichi, 2013]. Elles sont composées de :

- Forces de Keesom : communément appelées *dipôle – dipôle*, sont des interactions qui naissent entre 2 molécules polaires.
- Forces de Debye : connues aussi sous le nom de *dipôle – dipôle induit*, représentent des attractions entre une molécule polaire et une molécule non polaire.
- Forces de London : sont des attirances entre deux molécules non polaires.

La résultante de la combinaison de ces 3 forces est exprimée par l'équation suivante :

$$F_{Vaw} = \frac{-Ar}{6h^2} n \quad (2.21)$$

Où,  $n$  : vecteur unitaire bulle-bulle  
 $A$  : constante de Hamaker  
 $r$  : rayon de la bulle  
 $h$  : hauteur de séparation

### 2.12.3 Forces de friction

La force de friction totale représente la résultante de toutes les forces de friction que le fluide exerce sur une bulle durant son déplacement. Cette force de frottement se décompose en une force de traînée visqueuse ( $F_T$ ) et une force de portance ( $F_L$ ). La force de frottement visqueux

est caractérisée principalement par son opposition et sa résistance au libre mouvement de la bulle lors de son déplacement dans un fluide [Bonnefoy, 2017]. Elle est exprimée comme suit :

$$F_T = C_D \left( \frac{1}{2} \rho U^2 \right) S \quad (2.22)$$

L'expression susmentionnée dépend du régime d'écoulement autour de la bulle et diffère dans le cas des particules solides de celles aptes à se déformer, comme c'est le cas des bulles d'air [Oesterlé, 2006; Ferchichi, 2013]. Ainsi, le coefficient de portance ( $C_D$ ) dépend entièrement du nombre de Reynolds ( $\frac{\text{inertie}}{\text{viscosité}}$ ) et diffère dans le cas des particules rigides de celui des bulles déformables.

Par ailleurs, la force de portance est prise en compte lorsque la bulle subit une rotation ou elle est présente dans un fluide subissant un cisaillement. Ainsi, une force orthogonale apparaît faisant participer une force perpendiculaire au mouvement de la bulle, dite force de portance. Cette dernière qui agit à l'inverse de la force de gravité tend à maintenir la bulle en flottation. Son expression est donnée par l'équation suivante [Ferchichi, 2013; Bonnefoy, 2017] :

$$F_L = C_L \left( \frac{1}{2} \rho U^2 \right) S \quad (2.23)$$

Où,  $C_D$  : Coefficient de la traînée

$C_L$  : Coefficient de portance

$\rho$  : Force de gravité

$U$  : Vitesse relative

$S$  : Surface projetée dans la direction de l'écoulement

#### 2.12.4 Force de Basset-Boussinesq ou d'histoire

Le déplacement d'une bulle engendre une perturbation du fluide avoisinant qui est causée par le frottement visqueux, qui à son tour occasionne une résistance qui retarde la bulle lors de son ascension. Cette perturbation provoquée principalement par la diffusion de l'énergie de

mouvement et l'inertie du fluide tend à retrouver son régime initial (état stationnaire). Ainsi, la force de Boussinesq exprime l'histoire ou la mémoire de toute l'accélération de la bulle du début jusqu'à la fin, d'où elle est exprimée par l'intégrale du temps durant lequel la bulle a été en mouvement. Autrement dit, l'écoulement autour d'une bulle dépend de son histoire [Selma, 2009; Ferchichi, 2013; Bonnefoy, 2017].

$$F_{BB} = - \frac{3}{2} d_b^2 \sqrt{\pi \mu_f \rho_f} \int_{t_0}^t \frac{d(U_b - U_f)}{d\tau} \frac{d\tau}{\sqrt{t-\tau}} \quad (2.24)$$

Où,  $d_b$  : diamètre de la bulle  
 $\mu_f$  : viscosité dynamique  
 $\rho_f$  : masse volumique du fluide

### 2.12.5 Force de la masse ajoutée

L'accélération d'une bulle lors de son déplacement dans un fluide permet de lui transférer une accélération donnée. Ce transfert perturbe et change l'énergie cinétique du fluide, qui est considérée comme étant homogène et équivalente à une masse représentant le rapport entre la force que la bulle exerce sur le fluide et la vitesse de son déplacement [Ferchichi, 2013; Bonnefoy, 2017].

$$F_{MA} = - M_A \frac{d(U_b - U_f)}{dt} + \rho_f V \frac{dU_f}{dt} \quad (2.25)$$

Où,  $M_A$  : coefficient de proportionnalité  
 $V$  : volume occupé par la bulle  
 $U_b$  : vitesse de la bulle  
 $U_f$  : vitesse du fluide

## 2.13 Équation de Navier-Stokes

L'écoulement d'un fluide représente le glissement de plusieurs couches les unes par rapport aux autres. À l'échelle microscopique, ce mouvement cause une friction entre les différentes particules du fluide. Les frottements générés tendent à empêcher le libre mouvement de ces couches et donc résister à l'écoulement du fluide, qui est caractérisé par l'effet de la viscosité. L'intégration de cette propriété (viscosité) dans les principes fondamentaux de la dynamique des fluides a permis à Claude-Louis Navier et George Gabriel Stokes de développer leur célèbre équation communément appelée *l'équation de Navier-Stokes* [Bardos, 1978; Ferchichi, 2013; Bonnefoy, 2017].

À l'échelle élémentaire, la vitesse de l'écoulement est donnée par l'équation :

$$\vec{V} = V(z, t) \vec{\mu}_x \quad (2.26)$$

Le différentiel de vitesse entre deux couches élémentaires superposées entraîne un déplacement relatif où la couche supérieure (plus rapide) entraîne dans son déplacement la couche inférieure (moins rapide) (Figure 2.51). Si nous considérons uniquement l'effet surfacique de la couche supérieure sur la couche inférieure, la force de cisaillement s'écrit alors, en incorporant l'effet de la viscosité, comme suit [Ferchichi, 2013; Bonnefoy, 2017] :

$$\vec{F} = \eta \frac{\partial V}{\partial z}(z, t) S \vec{\mu}_x \quad (2.27)$$

Où,  $\frac{\partial V}{\partial z}$  : vitesse relative

$\eta$  : coefficient de viscosité

$S$  : surface de contact

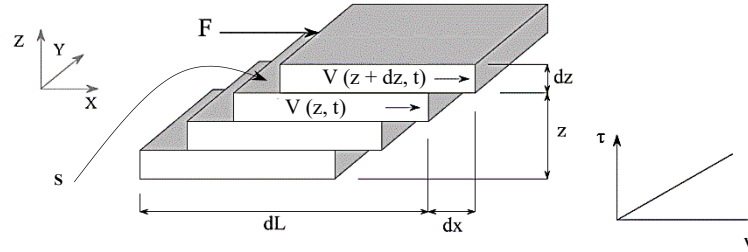


Figure 2. 51. Effet de la viscosité à l'échelle élémentaire

La formulation de la force de cisaillement, en tenant compte de l'effet volumique, ne représente que la différence entre la force de mouvement exercée par la couche supérieure  $dF_{supérieure}$  et celui de la force de résistance appliquée par la couche inférieure  $dF_{inférieure}$  (Figure 2.52), qui s'énonce :

$$F_{viscosité} = dF_{supérieure} - dF_{inférieure} = \left[ \frac{\partial V(z+dz, t)}{\partial z} dS - \frac{\partial V(z, t)}{\partial z} dS \right] \eta \quad (2.28)$$

$$= \frac{\partial^2 V(z, t)}{\partial z^2} d\tau \quad (2.29)$$

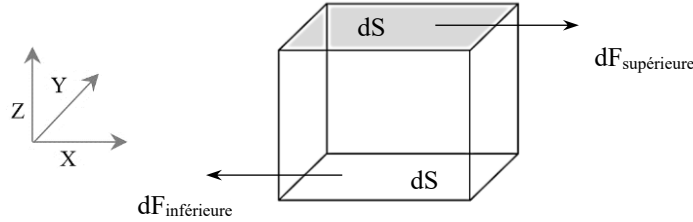


Figure 2. 52. Effet volumique et force de cisaillement (viscosité)

Si nous considérons une particule de fluide «  $M$  » en mouvement dans une canalisation et suivant une ligne de courant donnée (Figures 2.53), les forces agissant sur la particule nous permettent d'écrire l'équation de Navier-Stokes sous sa forme simplifiée, qui s'énonce avec l'intégration de l'opérateur Laplacien comme suit [Bardos, 1978; Louisnard, 2012; Łukaszewicz et Kalita, 2016] :

$$\begin{cases} \rho \frac{\partial V}{\partial t} + \rho V \cdot \nabla V - \nabla \eta (\nabla V + \nabla V^T) = -\nabla P + \rho g + F_\sigma \\ \nabla \cdot V = 0 \text{ (fluide incompressible)} \end{cases} \quad (2.30)$$

Où,  $\rho$  : masse volumique  
 $V$  : vitesse  
 $\rho g$  : force volumique de gravité  
 $\eta$  : force volumique de viscosité  
 $P$  : force volumique de pression  
 $F_\sigma$  : tension de surface  
 $\frac{\partial V}{\partial t}$  : accélération locale  
 $V \cdot \nabla V$  : accélération convective

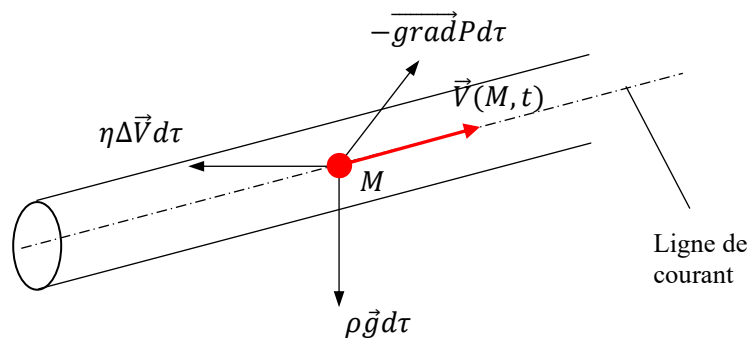


Figure 2. 53. Forces agissant sur une particule de fluide en mouvement

La vitesse d'une bulle d'air étant variable le long de la ligne de courant, ceci résulte en une accélération dépendante du temps et dite convective. Ce terme traduit la non-uniformité de l'écoulement en général (Figure 2.54). La convectivité est définie comme étant la force d'inertie du fluide qui caractérise la quantité de mouvement (c.-à-d. produit de la masse par le vecteur de la vitesse) échangée entre la bulle d'air et le fluide. La prise en considération de ce paramètre propulse l'équation de Navier-Stokes dans la non-linéarité. Le transfert de l'énergie cinétique que la bulle d'air engendre lors de son mouvement dans un fluide est défini par une diffusion dite visqueuse, due principalement à la nature du milieu.

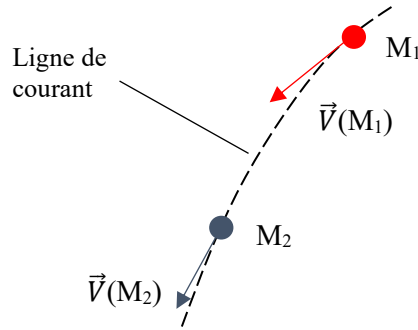


Figure 2. 54. Convectivité de l'accélération dépendante du temps

L'équation de Navier-Stokes, dans son intégralité étant simpliste, n'est adaptée que pour les fluides newtoniens et ne peut être employée, dans sa formulation initiale, pour les fluides non newtoniens. Dans le cas d'un fluide newtonien, l'équation d'un écoulement simple subissant un cisaillement s'énonce :

$$\tau = \eta \dot{\gamma} \quad (2.31)$$

Alors que dans le cas des fluides non newtoniens, cette dernière s'écrit :

$$\tau = \mu(\dot{\gamma}) \dot{\gamma} \quad (2.32)$$

La variation de la viscosité de cisaillement étant non linéaire et sa dépendance à la fois du temps et de la vitesse de déformation nous obligent à l'identifier comme étant une variable et non pas une constante, notamment lors des simulations numériques. En outre, la contrainte de cisaillement étant dépendante elle aussi des deux paramètres susmentionnés, elle sera également considérée comme étant non linéaire (Figure 2.55). Plusieurs chercheurs ont adopté cette approche pour développer des modèles spécifiques, dont nous citons :

- Modèle Eyring
- Modèle de loi puissance
- Modèle Ellis
- Modèle Herschel-Bulkley
- Modèle Bingham, etc.

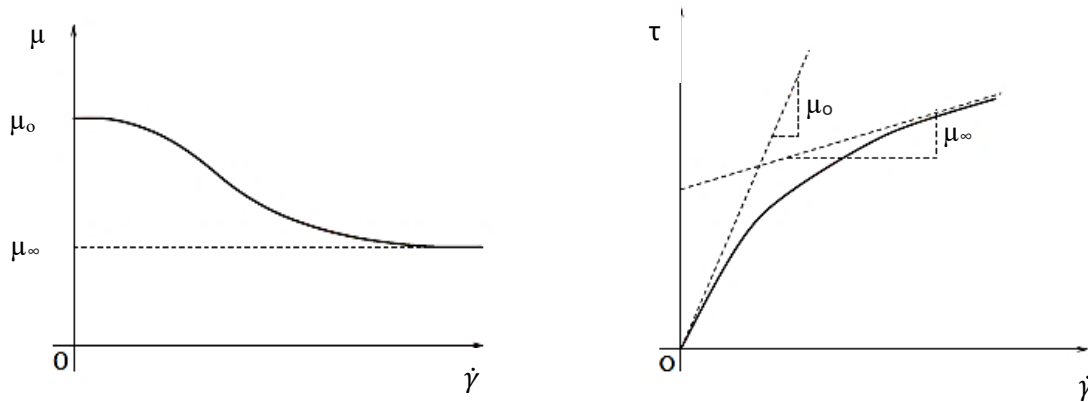


Figure 2. 55. Contrainte et viscosité en fonction du taux de cisaillement [Huilgol, 2015]

Par ailleurs, comme il a déjà été mentionné, l'équation de Navier-Stokes dans sa formulation simpliste est destinée, majoritairement, à l'analyse des fluides newtoniens, notamment ceux caractérisés par un régime stationnaire, alors que son utilisation pour les fluides non newtoniens est très limitée. De ce fait, pour permettre son application sur des fluides complexes, l'intégration d'un modèle complémentaire à celle-ci est essentielle, notamment dans le cas du béton. Les modèles les mieux adaptés pour décrire le comportement du béton sont les modèles de Herschel-Bulkley et le modèle de Bingham. Ce dernier est considéré comme étant un cas particulier du modèle précédent, lorsque  $n = 1$ . Plusieurs modèles originaux ou modifiés peuvent être employés pour étudier la rhéologie des mélanges cimentaires. Quelques-uns d'entre eux sont indiqués dans le Tableau 2.3 [Yahia et Khayat, 2001; Banfill, 2006].

Table 2. 3. Modèles employés pour les mélanges cimentaires

Modèle	$\tau$ (Pa)
Bingham	$\tau_0 + \mu \dot{\gamma}$
Bingham modifié	$C \dot{\gamma}^2 + \mu \dot{\gamma} + \tau_0$
Bingham-Papanastasiou	$\tau_0 (1 - e^{-m\dot{\gamma}}) + \mu \dot{\gamma}$
Herschel-Bulkley	$K \dot{\gamma}^n + \tau_0$
Casson	$\tau_0 + \mu_\infty \dot{\gamma} + 2\sqrt{\tau_0 \mu_\infty \dot{\gamma}}$
De Kee	$\tau_0 + \mu \dot{\gamma} e^{-m\dot{\gamma}}$
Yahia et Khayat	$\tau_0 + 2\sqrt{\tau_0 \mu \dot{\gamma} e^{-m\dot{\gamma}}}$

Le modèle de Bingham représente un des modèles les plus utilisés dans le domaine du béton. Ce modèle décrit mathématiquement le comportement du béton soumis à des contraintes de



cisaillement. Les fluides non newtoniens exigent l'imposition d'un certain gradient de vitesse pour initier leur mouvement. Ainsi, il existe une contrainte seuil essentielle, au-dessus de laquelle ces fluides peuvent s'écouler (Figure 2.56). L'incorporation de ce modèle, considéré comme étant complémentaire, s'avère essentielle pour la résolution des modèles numériques. L'expression de celui-ci s'énonce :

$$\begin{cases} \tau = \tau_0 + \mu \dot{\gamma} \\ |\tau| > \tau_0 \end{cases} \quad \text{Avec,} \quad \begin{cases} \dot{\gamma} = 0 \\ |\tau| < \tau_0 \end{cases} \quad (2.33)$$

Où, les paramètres  $\tau$ ,  $\tau_0$ ,  $\mu$  et  $\dot{\gamma}$  représentent respectivement, la contrainte de cisaillement, le cisaillement seuil, la viscosité plastique et le taux de cisaillement [De Larrard et Ferraris, 1998; Pari-Soto et al., 2010]. De ce fait, l'activation des paramètres du modèle de Bingham dans le logiciel FLOW3D® (seuil de cisaillement, viscosité plastique, etc.), actionne l'équation de Navier-Stokes modifiée qui permet la résolution des modèles numériques.

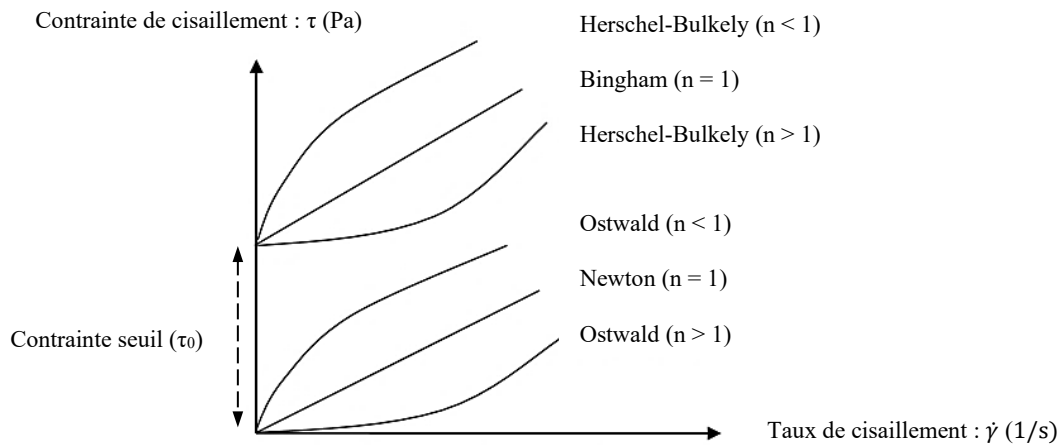


Figure 2. 56. Les différents comportements de fluides

## 2.14 Conclusion

Sur la base de la littérature vue dans ce chapitre, il est évident que le comportement des bulles d'air est de nature très complexe. La rhéologie des mélanges, le squelette granulaire, l'emploi de plusieurs adjuvants à la fois et leur compatibilité, le type, la composition et l'alcalinité des liants, la manipulation et le cisaillement du béton, son transport et son pompage, etc., sont tous des facteurs

pouvant affecter de près ou de loin la stabilité du RBA. L'étude bibliographique a montré que plusieurs paramètres, considérés comme étant primordiaux et dont la stabilité du RBA passe en grande partie par eux, se démarquent parmi tant d'autres dont nous citons notamment ; la rhéologie, les adjuvants, le squelette granulaire, le cisaillement du béton, la teneur en alcalis des liants, l'effet du temps et du transport, etc. Il a également été observé que la plupart des études précédentes ne voient la stabilité du RBA que d'un seul angle en se limitant à n'analyser que les variations touchant la teneur en air sans faire mention des possibles influences pouvant affecter les autres caractéristiques, telles que le facteur d'espacement, la surface spécifique et/ou fraction d'air efficace, dont dépend la durabilité du béton, du fait qu'une teneur en air adéquate ne rime nécessairement pas toujours avec des caractéristiques adéquates. Ceci nous a permis de mieux identifier les paramètres essentiels pour cette étude et également d'utiliser des techniques d'analyse et des méthodes d'essais plus récentes.

## 2.15 Références

ABQ (2014). Écaillage des surfaces de béton, Technique béton 2, 3e édition 2014-V0, Association béton Québec

ABQ.a (2014). Le pompage du béton, Technique béton 17, 3e édition 2014-V0, Association béton Québec

Aïtcin P. C. (2003). Les liants hydrauliques : le ciment du béton, notes de cours GCI 710, Département de génie civil, Université de Sherbrooke. Canada

Attachaiyawuth A. (2015). Air-enhanced self-compactability of fresh concrete, Thèse de doctorat, Kochi University of Technology, Japan

Banfill P. F. G. (2006). Rheology of fresh cement and concrete, Heriot-Watt University Edinburgh, UK, 61-130

Bardos C. (1978). Équations de Navier-Stokes et modèle de la turbulence, Université Paris-Nord, Journal de physique, Colloque C5, supplément au n° 8, tome 39, pp. C5-53

Beata Łaniewska-Piekarczyk, (2013). The influence of selected new generation admixtures on the workability, air-voids parameters and frost resistance of self compacting concrete, Constr. Build. Mater., 40, 659-671.

T. Bier, K. Takahashi, Influence of pumping of fresh concrete properties for SCC, ACI Spring Convention, Kansas-City (2015)

Bloem, D.L., et Walker, S., (1946). Preliminary report on effect of mixing time on properties of concrete containing air-entraining admixtures, NRMCA series 72, Preliminary report.

- Bonnefoy O. (2017). Écoulements polyphasiques (introduction), Version : 0.50, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, France
- Bonnel B. (2006). Tension superficielle et capillarité, Chapitre 5, présentation PPT, Université de Lille, France. [http://phymain.unisciel.fr/wp-content/uploads/2014/03/bonnel\\_meca\\_flu.pdf](http://phymain.unisciel.fr/wp-content/uploads/2014/03/bonnel_meca_flu.pdf)
- Boulet D. (1997). Influence du pompage sur les caractéristiques du réseau de bulles d'air du béton, Mémoire de maîtrise, Université Laval, Canada
- Bouteille S. (2013). Outils de caractérisation et analyse du comportement des matériaux cimentaires soumis à des cycles de gel-dégel en présence de sels, Thèse de doctorat, Université Paris-Est, France
- Carette, G.G., et Malhotra, V.M., (1983). Mechanical properties, durability, and drying shrinkage of Portland cement incorporating Silica Fume, *Cement, Concrete and Aggregates*, 5(1), 3-13.
- Chatterji, S, Gudmunson, H., Jensen, A.D., (1978). The characteristics of air-bubbles systems in hardened concrete produced by three types of air entraining agent-plasticizer combination, *Silicates Industriels, Solids and liquid state ceramics*, Tome XLIII, nos 7-8, 153-156.
- F. De Larrard (1999). Structures granulaires et formulation de béton. Ouvrage du Laboratoire des Ponts et Chaussées (LCPC). 414.
- De Larrard et Ferraris (1998), Testing and modelling of fresh concrete rheology, NISTIR 6094, Laboratoire des Ponts et Chaussées, France, pp. 1-59
- Dénomme Y. (2014). Les adjuvants pour béton : 2ième partie : les agents entraîneurs d'air. Les midis de l'ABQ, Association béton Québec.
- V.H., Dodson, 1990. Concrete admixtures, Springer (Chapter 6), 218. DOI: 10.1007/978-1-4757-4843-7\_6
- P.L. Domone, Self-compacting concrete: An analysis of 11 years of case studies, *Cement Concr. Compos.* 28 (2006) 197-208.
- V. S. Dubovoy, S. H. Gebler, P. Klieger, Cement-alkali level as it affects air-void stability [sic], freeze-thaw resistance, and deicer scaling resistance of concrete. Skokie, Ill.: Portland Cement Association, 2002.
- Du L. et Folliard K. J. (2005). Mechanism of air entrainment in concrete, *Cement and concrete research*, Volume 35, Issue 8, pp. 1463-1471.
- P. C. Duineveld, (1995). Bouncing and Coalescence of Two Bubbles in Pure Water, *J. Fluid Mech.*, 31, 151-60.
- Dupin, J.C., 2008. La méthode de mesure et/ou les conditions opératoires influencent-elles le comportement de la tension superficielle d'un mélange eau-hepamol en fonction de la température? Université de Bruxelles, 1-52.
- Dyer, R.M. (1991). An investigation of Concrete Pumping and Effects of Pressure on the Air Void System of Concrete, Master thesis, university of Washington, 222 p.

- F., Farkas, 1964. The Role of Alkali in Air Entrainment, Rock Products Chemical Research Seminar, Chicago, Illinois.
- C.F. Ferraris, Measurement of the Rheological properties of high-performance concrete: State of the art report, Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology, 104 (5) (1999), 461-478.
- Ferchichi, Y. (2013). Étude expérimentale du mouvement d'une particule Sphérique à l'approche d'une interface liquide/fluide, Thèse de doctorat, École centrale Paris, 159 p.
- C.F. Ferraris, P. Billberg, R. Ferron, D. Feys, J. Hu, S. Kawashima, E. Koehler, M. Sonebi, J. Tanesi, N. Tregger, Role of Rheology in Achieving Successful Concrete Performance, A contribution from ACI Committee 238, Workability of Fresh Concrete (2017).
- D. Feys, G.D. Schutter, K.H. Khayat, R. Verhoeven, Changes in rheology of self-consolidating concrete induced by pumping, Materials and Structures, 49 (2016) 4657-4677.
- Gagné R. (2000). Durabilité et réparation du béton, Notes de cours GCI 714, Département de génie civil, Université de Sherbrooke.
- Gagné, R. et Linger, L. (2008). La durabilité du béton, Deuxième édition, Presses de l'École des Ponts et Chaussées, J.P. Ollivier et A. Vichot Éditeurs, Chapitre 10 - La durabilité des bétons en ambiance hivernale rigoureuse, pp. 387-486.
- Gassin, P.M., 2014. Mesure de la tension de superficielle par la technique de la goutte pendante, École nationale supérieure de chimie de Montpellier, 1-8.
- Gaynor, D., Mullarky, J.L., (1974). Effects of mixing speed on air content, NRMCA Technical Info. Letter no, 312, 8 p.
- S., Gebler, P., Klieger, 1983. Effect of Fly Ash on the Air-Void Stability of Concrete, Proceedings of the CANMET/ACI First International Conference on the Use of Fly Ash, Silica Fume, Slag, and Other Mineral By-Products in Concrete, (ed V.M.Malhotra), ACI Special Publication SP-79, American Concrete Institute, Detroit, MI, 103-120.
- J. Gołaszewski, A. Kostrzanowska, Rheological properties and air content of self-compacting high-performance concrete, Design, Production and Placement of SCC, Ed. Khayat K.H., 26-29 September (2010), Montreal, Canada.
- Hafid H. (2012). Influence des paramètres morphologiques des granulats sur le comportement rhéologique des bétons frais : étude sur systèmes modèles, Thèse de doctorat, Université Paris-Est.
- W.C., Hansen, E.E., Pressler, 1947. Solubility of  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  and  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  in Dilute Alkali Solutions, Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 39, No. 10, pp. 1280-1282
- Ivanov, I. B. (1980). Effect of surface mobility on the dynamic behavior of thin liquid films, Pure and Applied Chemistry, Volume 52, Issue 5, Pages 1241–1262, ISSN (Online) 1365-3075, ISSN (Print) 0033-4545

- C.D. Johnston, Deicer Salt Scaling Resistance and Chloride Permeability, *Concrete International*, 16 (8) (1994) 48-55.
- C., Jolicoeur, T.C., To, E., Benoit, R., Hill, Zhang, Z., Pagé, M., 2009. Fly Ash-Carbon effects on concrete air entrainment: Fundamental studies on their origin and chemical mitigation, *Word of Coal Ash (WOCA)* Lexington, KY, USA.
- Khayat, K.H. (1998). Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials - an overview. *Cement and Concrete Composites*, volume 20, no 2, pp. 171-188
- Khayat, K.H., 2000. Optimization and performance of the air-entrained, self-consolidating concrete, *ACI Materials Journal* 97(5): 526-535
- K.H. Khayat, Design, Production and Placement of SCC, in: *International RILEM Symposium of Self-Compacting Concrete*, Montreal, Canada, September (2010) 26-29.
- Khayat, K.H., Guizani, Z, 1997. Use of viscosity modifying admixture to enhance stability of fluid concrete. *ACI Mater J*, 94(4), 332-340
- H.K. Khayat, J. Assaad, 2002. Air-Void Stability in Self-Consolidating Concrete, *ACI Materials Journal*, 99 (4), 408-416.
- Kohler (2014). *Micro-Thermodynamics*, Notes de cours, University of California-San Diego, USA
- [Koehler, E.P, Fowler, D.W., 2007, Aggregates in self-consolidating concrete, Research report ICAR 108-2F, International Center for Aggregates Research (ICAR), The University of Texas at Austin
- Kosmatka S. H., Kerkhoff B., Panarese C. W., MacLeod N. F. et McGrath R. J. (2004). Dosage et contrôle des mélanges de béton, *Association Canadienne du ciment*, 7ième édition.
- A. Kostrzanowska-Siedlarz, J. Gołaszewski, 2015. Rheological properties and the air content in fresh concrete for self compacting high-performance concrete, *Elsevier, Construction and Building Materials* 94, 555-564.
- B.-G., Kim, S., Jianga, C., Jolicoeur, P.-C., Aïtcin, 2000. The adsorption behavior of PNS superplasticizer and its relation to fluidity of cement paste, *Cement and Concrete Research* 30, 887-893. DOI: 10.1016/S0008-8846(00)00256-8
- Kreijger, 1967. *Proceedings of the international symposium on admixtures for mortar and concrete*, Brussels.
- Lachemi, M., Hossain, K.M.A., Lambros, V., Bouzoubaâ, N., 2003, Development of cost-effective self-consolidating concrete incorporating fly ash, slag cement, or viscosity-modifying admixtures. *ACI Mater J*, 100 (5), 419-25
- Lachemi, M., Hossain, K.M.A., Lambros, V., Nkinamubanzi, P-C., Bouzoubaâ, N., 2004. Performance of new viscosity modifying admixtures in enhancing the rheological properties of cement paste. *Cement and Concrete Research*, 34 (2), 185-93.

- Langan, B.W., et Ward, M.A., (1976). A laboratory investigation for potential durability of ready-mixed concrete rettempered for air content and workability, Canadian of civil engineering, vol 3, no. 4, 570-577.
- B. Łaźniewska-Piekarczyk, Influence of antifoaming admixture type on several properties of high-performance self-compacting concrete, Journal of Materials in Civil Engineering, 27 (9) (2015) Article number 04014247
- Leemann, A., Winnefeld, F., 2007. The effect of viscosity modifying agents on mortar and concrete, Elsevier, Cement & Concrete Composites 29, pp. 341–349
- Le-Neindre, B., 1993, Tensions superficielles et interfaciales, Techniques de l'ingénieur, Réf. K475v1, 1-21.
- Ley T., Tabb B., Felice R., Freeman J. M., Frazier R., Welchel D., Khatibmasjedi M. et LeFlore J (2016). The Super Air Meter (SAM) : A Test for Plastic Concrete, 2016 Conference Presentations – Delaware. <http://www.nesmea.uconn.edu/2016-conference-presentations-delaware>
- Ley, T., 2011. The stability of air-void systems in fresh concrete, PPT presentation, Oklahoma State University.
- J. Li, J. Yin, S. Zhou, Y. Li, Mix proportion calculation method of self-compacting high performance concrete, in: First International Symposium on Design, Performance and Use of Self-Consolidating SCC'2005-China, Changsha, Hunan, China 26-28 May (2005) 199-205
- Louisnard O. (2012). Cours de mécanique des fluides, École nationale supérieure des Mines d'Albi-Carmaux, France
- Lubetkin S.D. et Akhtar M. (1995). The variation of surface tension and contact angle under applied pressure of dissolved gases, and the effects of these changes on the rate of bubble nucleation. Journal of Colloid and Interface Science, 180, 43–60 (Article no 0272)
- Łukaszewicz G. et Kalita P. (2016). Navier-Stokes Equations, An Introduction with Applications. Advances in Mechanics and Mathematics 34, Springer books
- MacInnis C., Racic D., 1986. The effect of superplasticizers on the entrained air-void system in concrete, Cement and Concrete Research. vol. 16, pp. 345-352, 1986. USA. 0008-8846/86
- Marchand. J., Pleau R. et Gagné R. (1994). Deterioration of concrete due to freezing and Thawing, Materials science of concrete 4, pp. 324-343
- Mayfield, B., Morton, A.J., (1969). Effect of fineness of cement on the air-entraining properties of concrete. Civil Eng. and Public Works Review, vol. 64, no. 750, 37-41.
- Mielenz R. C., Wolkodoff V. E., Backstrom J. E et Harry L. Flack H. L. (1958). Origin, Evolution and Effects of the air void system in concrete, Part 1-Entrained air in unhardened concrete, ACI Journal vol. 55, issue 7, 95-121.
- Neville A. M. (2011). Properties of concrete, 5th edition.

- A.V., Nguyenand, H.J., Schulze, (2003). *Colloid Science of Flotation*, Marcel Dekker, New York.
- K. Nakamura, A. Tanaka. *Concrete Admixtures*, V.H. Dodson, ed., Chapman and Hall, 1990, 129-158.
- H. Okamura, M. Ouchi, Self-compacting high-performance concrete, *Prog. Struct. Mat. Eng.* 1 (4) (1998) 378-383.
- H. Okamura, K. Ozawa, Self-Compacting high-performance Concrete, *Structural Engineering International*, 4 (1996).
- H. Okamura, Self-compacting high-performance concrete, *Concr. Int.* 19 (7) (1997) 50-54.
- H. Okamura, Self-Compacting high-performance concrete, Social System Institute, (1999) Tokyo.
- Okkenhaug, K., Gjorv, O.E., (1982). Influence of condensed Silica Fume on the air-void system in concrete, Cement Concrete Research Institute, Report STF65 A82044, Trondheim.
- Ouchi, M., Sakue, J., 2008. Self-compactability of fresh concrete in terms of dispersion and coagulation of particles of cement subject to pumping. In: *Proceedings of the 3rd North-American conference on the design and use of selfconsolidating concrete*, Chicago
- Ozogul H. (2016). Écoulements de fluides à seuil autour d'un cylindre en milieu confiné : études expérimentale et numérique, Thèse de doctorat, Université Grenoble Alpes, France
- Palacios, M., Flatt, R.J., 2016. Working mechanism of viscosity-modifying admixtures. In: Aïtcin, P.-C., Flatt, R.J. (Eds.), *Science and Technology of Concrete Admixtures*. Elsevier (Chapter 20), pp. 415-432.
- Pan J. (2011). Influence des adjuvants chimiques sur la performance des mortiers de béton équivalent à rhéologie adaptée, Mémoire de maîtrise, Université de Sherbrooke
- Pari-Soto H., Martins-Costa M. L., Fonseca C. et Frey S. (2010). A Numerical Investigation of Inertia Flows of Bingham-Papanastasiou Fluids by an Extra Stress-PressureVelocity Galerkin Least-Squares Method, *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, Vol. 32, No. 5, pp. 450-460
- M., Pigeon, P., Plante, 1990. Study of cement paste microstructure around air voids: influence and distribution of soluble alkalis. *Cement and Concrete Research*, 20, 803-814.
- M., Pigeon, P., Plante, R., Pleau, N., Banthia, 1992. Influence of Soluble Alkalis on the Production and Stability of the Air-Void System in Superplasticized and Non-superplasticized Concrete, *ACI Materials Journal*, 89 (1), 24-31.
- Pigeon, M., Aitcine, P.C., Plante, P., (1987). Comparative study of the air-void stability in a normal and condensed Silica Fume filed concrete, *Journal of the American Concrete Institute*, vol. 84, no. 3, 194-199.

- M.F., Pistilli, 1983. Air-Void Parameters Developed by Air-Entraining Admixtures, as Influenced by Soluble Alkalies from Fly Ash and Portland Cement, *Journal of the American Concrete Institute, Proceedings*, 80 (3), 217-222.
- M., Pigeon, P., Plante, M., Pigeon, P., Plante, M., Plante, 1989. Air void stability, Part I: Influence of silica fume and other parameters. *ACI Materials Journal*, 86(5), 482-490.
- P., Plante, 1989. Influence des alcalins solubles sur la production et la stabilité du réseau de bulles dans le béton à air entraîné, Ph.D Thesis, Department of Civil Engineering, Laval University, Québec, 559
- P., Plante, M., Pigeon, F., Saucier, 1989. Air Void Stability Part II: Influence of Cement and Superplasticizers, *ACI Materials Journal*, Vol. 86, No. 6, 581-589.
- Pigeon M. et Pleau R. (1995). *Durability of Concrete in Cold Climates*, Chapitre 6, ISBN 0-203-86078-0
- Poryles R. (2017). *Instabilité et piégeage de bulles dans des fluides complexes*, Thèse de doctorat, Université de Lyon, France
- Prakash, N., Santhanam, M., 2006. A study of the interaction between viscosity modifying agent and high range water reducer in self compacting concrete, *Measuring, Monit, Model Concr Prop*, Part-5, pp. 449-54.
- Pucci, G., Harris, D.M., Bush, J.W.M., (2015). Partial coalescence of soap bubbles, *Physics of Fluids* 27, 061704
- Pugh, J.R., 2006. bubble and foam chemistry, Chapter 6, *Coalescence of bubbles in surfactant solutions*, Cambridge University Press, ISBN: 9781316106938, 194-219.
- Ralston J., Dukhin S. S. et Mishchuk N. A. (2002). Wetting film stability and flotation kinetics, *Advances in Colloid and interface Science* 95, 145-236
- V.S., Ramachandran, R.F., Feldman. *Admixture Interactions in Concrete*, (Chapter 3), Editor(s): V.S. Ramachandran, *Concrete Admixtures Handbook (Second Edition)*, William Andrew Publishing, 1996, 95-136. DOI : 10.1016/B978-081551373-5.50007-6
- Rouis F. (2017). *Effet des caractéristiques physico-chimiques des ajouts minéraux sur les propriétés rhéologiques des mortiers de bétons fluides équivalents*, Thèse de doctorat, Université de Sherbrooke, Canada
- Sahmaran, M., Christianto, H.A., Yaman, IÖ, 2006. Effect of chemical and mineral admixtures on the fresh properties of self-compacting mortars. *Cem Concr Compos*, 28(5):432-40.
- Saric-Coric M., Khayat, K.H., Tagnit-Hamou, A., 2003. Performance characteristics of cement grouts made with various combinations of high-range water reducer and cellulose-based viscosity modifier. *Cem Concr Res*, 33:1999-2008.
- G.D. Schutter, P.J.M, Bartos, P. Domone, J. Gibbs, *Self Compacting Concrete*, Whittles Publishing, Dunbeath (2008) 296.



- Selma B. (2009). Contribution aux écoulements complexes gaz-liquide : développement et validation d'un modèle mathématique, Thèse de doctorat, Université de Sherbrooke, Canada
- Sika, (2010). Sika AER solid : Le premier entraîneur d'air en microbilles du marché, BUBPE Grands Chantiers, Actualité.
- [https://usa.sika.com/content/dam/dms/frcon/8/fr\\_actu\\_produit\\_n\\_13\\_sika\\_aer\\_solid.pdf](https://usa.sika.com/content/dam/dms/frcon/8/fr_actu_produit_n_13_sika_aer_solid.pdf)
- Simard, M.C., (2009). Chimie physique (CPH 405), Notes de cours, Université de Sherbrooke.
- A. Skarendahl, O. Petersson, Self-Compacting Concrete Proceedings of the first international RILEM symposium, RILEM proceedings 7, (1999) Stockholm.
- Struble L. J. et Jiang Q. (2004). Effects of Air Entrainment on Rheology, ACI materials journal, Technical paper, Title no. 101-M50.
- Szwabowski J. et Łaźniewska B. (2007). Air-entrainment problem in self-compacting concrete, Journal of Civil Engineering and Management, 15(2), 137-147.
- Takahashi, K., Bier, T., 2013. Mechanisms for the changes in fluidity and hydration kinetics of grouts after mixing. In: Proceedings of the 6th international RILEM conference on self-compacting concrete, Paris.
- Taylor, T.H., (1949). Variable that influence the air content of concrete, Portland Cement Association, series 336.
- Thompson A. B. (2011). Surface-tension-driven coalescence, Thèse de doctorat, University of Nottingham.
- Tyler L. (2011). The Stability of Air-Void Systems in Fresh Concrete, PPT presentation, Oklahoma State University, USA.
- O. Wallevik, I. Nielsson, Self-Compacting Concrete Proceedings of the third international RILEM symposium, in: RILEM proceedings PRO 33, Reykjavik (2003) -1030.
- Whiting D. A. et Nagi A. N. (1998). Manual on control of Air content in concrete.
- D., Whiting, D., Stark, 1983. Control of air content in concrete, National cooperative highway research program report 258, Construction Technology Laboratories A Division of the Portland Cement Association, Skokie, Illinois.
- L.D., William, 1996. Chapter 8 – Air-Entraining Admixtures, Editor(s): V.S. Ramachandran, Concrete Admixtures Handbook (Second Edition), William Andrew Publishing, p. 518-557.
- H.S. Wong, A.M. Pappas, R.W. Zimmerman, N.R. Buenfeld, Effect of entrained air voids on the microstructure and mass transport properties of concrete, Cement and Concrete Research, 41 (2011) 1067-1077.
- A. Yahia, S. Mantellato, R.J. Flatt, Concrete rheology: a basis for understanding chemical admixtures. In: Aïtcin, P.-C., Flatt, R.J. (Eds.), Science and Technology of Concrete Admixtures. Elsevier, (Chapter 7) (2016) 97-127.

Yahia A. et Khayat, H. K. (2001). Analytical models for estimating yield stress of high performance pseudoplastic grout, *Cem. Concr. Res.*, 31, pp. 731-738

Yang Q. (2012). Stability of air bubbles in fresh concrete, Mémoire de maîtrise, Programme Structural engineering and Building Performance Design, Suède

# Chapitre 3 : Méthodologie

## 3.1 Introduction

Ce chapitre expose un rappel des principales phases de cette étude, la méthodologie suivie, les principales méthodes d'essais employées, leur principe de fonctionnement et réglementation, les formulations types choisies pour chaque classe de béton, ainsi qu'un résumé explicatif des 3 modes de cisaillement expérimentés (statique, semi-statique et dynamique). Un descriptif sommaire de la méthode VOF (volume of fluid) utilisée dans la phase numérique est également présenté.

## 3.2 Principales phases du projet

La méthodologie proposée prévoit, dans son ensemble, la réalisation de 6 phases complémentaires dans le but d'approfondir la compréhension du comportement des bulles d'air sous l'influence de la viscosité, du cisaillement (c.-à-d. repos, transport et pompage), du squelette granulaire (compacité granulaire, dimension maximale des gros granulats) et celui des adjuvants (SP-AEA-AV). Ces BAP sont destinés principalement pour les travaux de réparation et/ou employés dans les travaux d'infrastructure. De façon globale, les étapes essentielles de cette étude sont résumées dans la Figure 3.1. L'étude expérimentale est complétée par une étude numérique basée sur des simulations lancées via le code de calcul FLOW3D simulant plusieurs situations afin d'identifier les paramètres les plus influant.

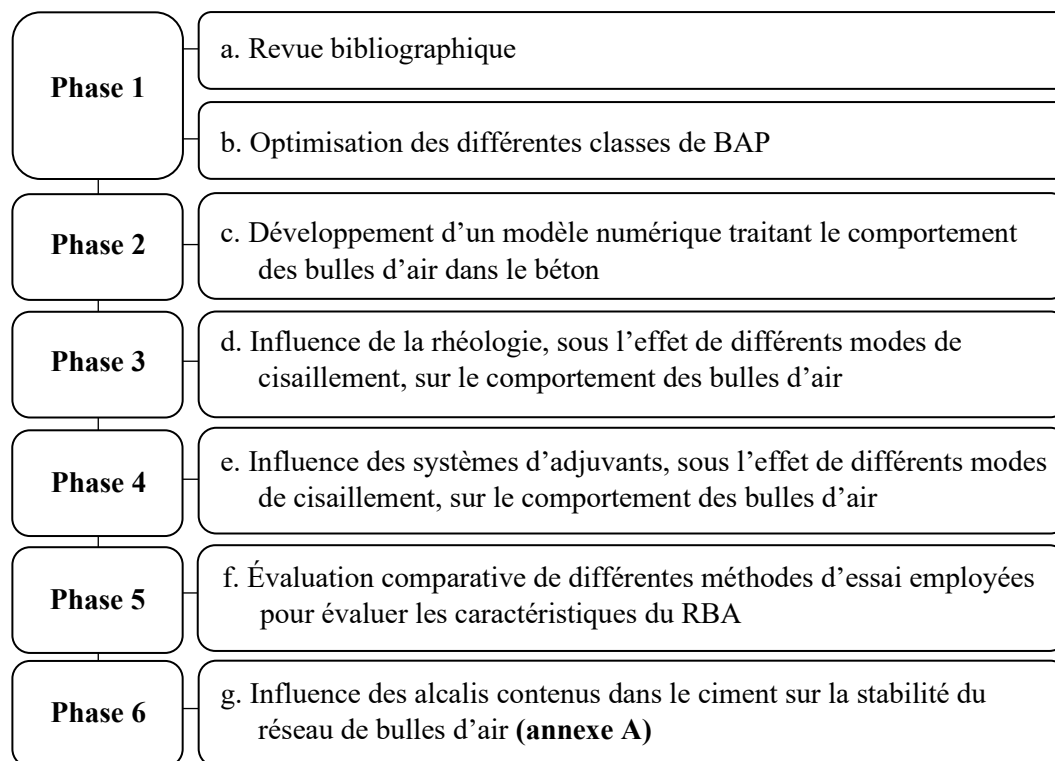


Figure 3. 1. Principales phases du projet

- **Phase 1.a : Revue bibliographique** : voir section 1.4
- **Phase 1.b : Optimisation de différentes classes de BAP** : Les travaux de cette phase de l'étude sont consacrés à l'optimisation des systèmes d'adjuvants SP-AEA-VMA afin de s'assurer de leur compatibilité pour la formulation de différentes classes de BAP (réparation et infrastructure). Ces formulations sont proportionnées avec un liant cimentaire (TerC<sup>3</sup>), et ce, pour comprendre les mécanismes de stabilité des bulles d'air dans différentes suspensions cimentaires.
- **Phase 2 : Développement d'un modèle numérique pour simuler le comportement des bulles d'air dans les BFRA** : Dans cette Phase, il s'agit de modéliser au moyen du code de calcul FLOW3D® le comportement des bulles d'air dans les BAP sous différents modes de cisaillement. Plusieurs modèles rhéologiques seront implantés dans le code de calcul. Le maillage adopté sera celui proposé par le code de calcul, néanmoins, nous gardons la possibilité d'intervenir au besoin pour le raffiner afin d'étudier, si possible, une large gamme de dimensions des bulles.

- ***Phase 3 : Influence de la rhéologie (viscosité), sous l'effet de différents modes de cisaillement, sur le comportement des bulles d'air*** : Dans la Phase 3 de cette étude, il s'agit de soumettre les différentes formulations confectionnées à différents modes de cisaillement (statique, semi-statique et dynamique), et ce, tout en modifiant la rhéologie (viscosité : faible à élevée) des formulations étudiées. Ainsi, le premier mode statique simulera le comportement du béton au repos, une fois coulé à l'intérieur des coffrages. Le second mode semi-statique simulera, quant à lui, le transport du béton dans les camions-malaxeurs et sera expérimenté au moyen d'un malaxeur à béton soumis à faible vitesse de rotation de l'ordre de 4 rpm. Enfin, le troisième mode dynamique simulera un fort cisaillement (pompage) et s'effectuera au moyen d'un tribomètre. Dans cette phase, les principaux facteurs affectant la stabilité du RBA sont identifiés avec la méthode Taguchi. Une comparaison entre les résultats de cette méthode et les résultats expérimentaux sera discutée.
- ***Phase 4 : Influence des systèmes d'adjuvants SP-AEA-VMA, sous l'effet de différents modes de cisaillement, sur le comportement des bulles d'air*** : Pareillement qu'à l'étape précédente, dans celle-ci nous avons soumis les différentes formulations confectionnées, pour lesquelles nous avons fixé la viscosité et fait varier les systèmes d'adjuvants; PNS-AEA, PC-AEA et PC-AEA-VMA, à différents modes de cisaillement; statique, semi-statique et dynamique. En outre, nous avons procédé aux mêmes essais décrits précédemment.
- ***Phase 5 : Évaluation comparative de différentes méthodes d'essai employées pour évaluer les caractéristiques du RBA*** : Dans cette phase, nous avons procédé à une évaluation comparative des différentes méthodes d'essais utilisés dans la détermination des teneurs en air et les caractéristiques des RBA (facteur d'espacement, surface spécifique et fraction d'air efficace) des différents mélanges confectionnés. Par ailleurs, dans l'étude de la stabilité du réseau de bulles d'air dans le béton, la compacité granulaire peut avoir un effet très important. Ainsi, parallèlement à la précédente analyse comparative, nous avons étudié l'effet de la compacité granulaire pour laquelle les BAP produits sont alors formulés en utilisant différentes compacités granulaires. L'influence de la compacité granulaire est évaluée expérimentalement, sur plusieurs mélanges binaires, ternaires et quaternaires, au moyen d'un compacteur à cisaillement

giratoire « Intensive Compaction Tester (ICT) », et ce, dans le but de choisir 3 formulations ayant 3 différentes compacités, pour chacune des classes de BAP. Pour validation, ces résultats expérimentaux seront comparés à ceux obtenus avec le logiciel BétonLab et par la norme ASTM C29 [ASTM C29]. Les mélanges de BAP ont été soumis à un mode statique afin d'apprécier l'influence de l'empilement granulaire sur l'évolution de la teneur en air dans le temps (0, 30 et 60 min).

- ***Phase 6 : Influence des alcalis solubles contenus dans le ciment sur la stabilité du réseau de bulles d'air*** : Les travaux de cette phase sont focalisés sur l'influence des alcalis contenus dans le ciment et leur solubilité sur la stabilité du RBA. Différents mélanges incorporant plusieurs liants ayant différentes teneurs en alcalis (GU,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{TerC}^3$ , PdV, 25PdV-75TerC<sup>3</sup>, 50PdV-50TerC<sup>3</sup>, 75PdV-25TerC<sup>3</sup>), dans le but de déterminer le degré d'influence des alcalis sur la stabilité du RBA.

### 3.3 Phase expérimentale

L'expérimentation est débutée par l'optimisation de deux formulations de BAP destinées respectivement aux travaux de réparation et d'infrastructure. Nous avons ainsi choisi deux formulations typiques basées principalement sur les recommandations du rapport de l'American Concrete Institute (ACI, 2007) et/ou optimisées dans le cadre des travaux de la Chaire CRSNG sur les bétons fluides à rhéologie adaptée (BFRA). Les systèmes d'adjuvants compatibles et efficaces, en matière de stabilité du RBA, sont également optimisés. Choisir judicieusement une formulation optimisée, par rapport à la qualité de son réseau d'air, nous permettra de passer aux étapes subséquentes, qui consistent à étudier l'influence des principaux paramètres d'influence (viscosité, systèmes d'adjuvants, mode de cisaillement, squelette granulaire, etc.) sur le RBA, pour lesquelles plusieurs combinaisons seront expérimentées. Enfin, l'influence de la composition du liant cimentaire, notamment en ce qui a trait à la présence d'alcalis, sur le RBA est également étudiée.

### 3.3.1 Formulation des mélanges

Les formulations des BAP (réparation/infrastructure) étudiés sont basées sur l'optimisation réalisée lors de la Phase 1.b (Tableau 3.1). La granulométrie combinée des granulats est optimisée selon la courbe optimale de Fuller Thompson où nous avons utilisé, dépendamment des classes de béton, deux grosseurs nominales (14 et 20 mm). Il est à noter que l'optimisation granulaire employée dans la Phase 5 est basée sur le principe de l'empilement granulaire.

Table 3. 1. Formulations typiques des BAP étudiés

	<b>BAP réparation</b>	<b>BAP infrastructure</b>
$\phi_{\max}$ (mm)	14	20
Eau/Liant (E/L)	0,35 - 0,42	0,34 - 0,42
Volume de pâte (%)	30 - 35	33 - 38
Teneur en liant (kg/m <sup>3</sup> )	420 - 475	420 - 475
Volume de sable / volume total de granulat (%)	50	50
Système d'adjuvants	Différentes combinaisons de SP-AEA-VMA	
Teneur en air (%)	VMA de type Welan-gum (liquide) 5 à 8	

### 3.4 Détermination du volume d'air

Différentes méthodes sont employées pour déterminer la teneur en air des mélanges de BAP. Parmi celles-ci, la méthode pressiométrique (air-mètre) décrite par la norme ASTM C231, l'AVA-3000 (air void analyzer), la méthode décrite par la norme ASTM C457 [ASTM C457] jumelant les procédures A (standard test method for microscopical determination of parameters of the air-void system in hardened concrete), B (rapidair 457) et C (analyse par traitement numérique d'image), ainsi que le super air-mètre (SAM).

#### 3.4.1 Mortier

Les deux normes EN-413 (mini air-mètre) [EN-413] et ASTM C185 [ASTM C185] sont employées uniquement dans le cas des mortiers. Le mini air-mètre opère au même titre que la méthode pressiométrique (ASTM C231). Toutefois, la capacité totale pour cet équipement est limitée à 1 litre. Cet essai n'est régi que par les deux normes européennes EN-413 et EN-459

[EN-459], néanmoins, le principe du déroulement de l'essai reste similaire à celui décrit par la norme ASTM C231 [ASTM C231].

Par ailleurs, la norme ASTM C185 permet d'effectuer une comparaison entre la masse volumique réelle et théorique. Connaissant le volume de chacun des constituants et celui du contenant (bôle) normalisé, nous comptabilisons théoriquement le volume que ce bôle peut contenir en excluant la présence d'air. Enfin, la teneur en air réelle est calculée en rationnant le rapport entre les deux valeurs, par l'emploi de l'équation suivante :

$$\text{Air (\%)} = 100 - \left(1 - \frac{M.V.\text{réelle}}{M.V.\text{théorique}}\right) \quad (3.1)$$

### 3.4.2 Béton autoplaçant

#### a. Méthode pressiométrique selon la norme ASTM C231

Conformément aux normes CSA A23.2-4C [CSA A23.2-4C] et ASTM C231, nous évaluerons à la fois la masse volumique et la teneur en air de chacune des formulations. L'utilisation d'un appareillage usuel (air-mètre) est nécessaire, celui-ci nous permettra de statuer sur le volume d'air entraîné dans le béton. Le principe du déroulement de l'essai est décrit dans les normes précitées.

#### b. AVA-3000 (Air-Void Analyzer)

L'AVA-3000 est un équipement dédié à la caractérisation du RBA que ce soit pour pâte, mortier et/ou béton. Après formulation, un échantillon de 20 cm<sup>3</sup> est introduit dans l'appareil au moyen d'une seringue, suivant un procédé bien déterminé. Avant cette opération, la colonne transparente est remplie, à partir du fond, de deux solutions, en introduisant en premier l'eau distillée suivie du glycérol où leurs températures respectives doivent être comprises entre 22 et 25 °C, afin de ne pas compromettre l'échantillon (bulles d'air). Ainsi, la variation de la densité des deux solutions permet au glycérol de se placer dans le fond. Ce dernier servira après injection à relâcher l'échantillon et à libérer les bulles d'air contenues dans celui-ci (Figure 3.2).



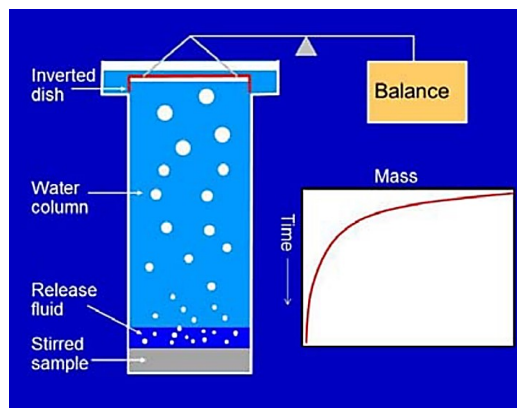
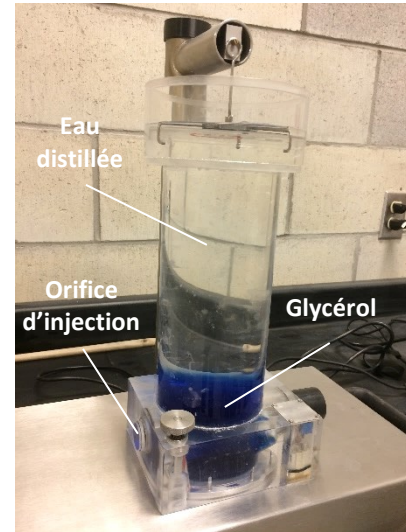
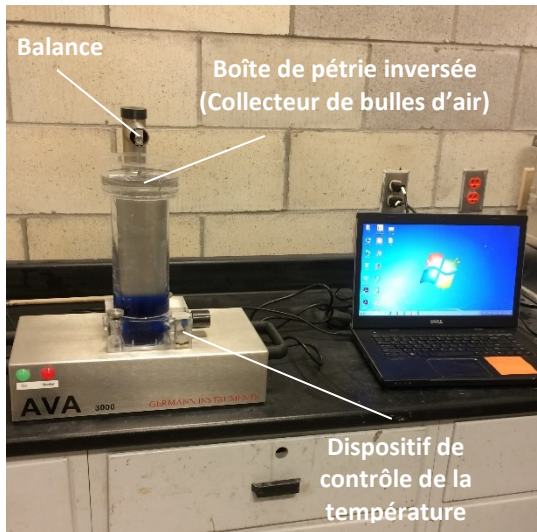


Figure 3. 2. AVA-3000

Les bulles libérées s'élèveront dans la colonne et traverseront les deux solutions jusqu'à la surface. Le dispositif de balance (boîte de pétrole inversée) installé dans la partie supérieure de la colonne, soit à la surface de l'eau distillée, recueillera ces bulles d'air expulsées. Or, l'air en s'accumulant chasse l'eau anciennement présente lors de la calibration, ce changement modifie la masse apparente enregistrée qui continue de diminuer aussi longtemps que les bulles continueront de monter. L'algorithme prédisposé permet de comptabiliser plusieurs paramètres, dont notamment; teneur en air, taille des bulles d'air, facteur d'espacement, surface spécifique, etc. (Figure 3.3), et s'assure automatiquement que les résultats soient corrélatifs à ceux obtenus à partir des mesures de déplacement linéaire décrites dans la norme ASTM C457 [Magura, 1996].

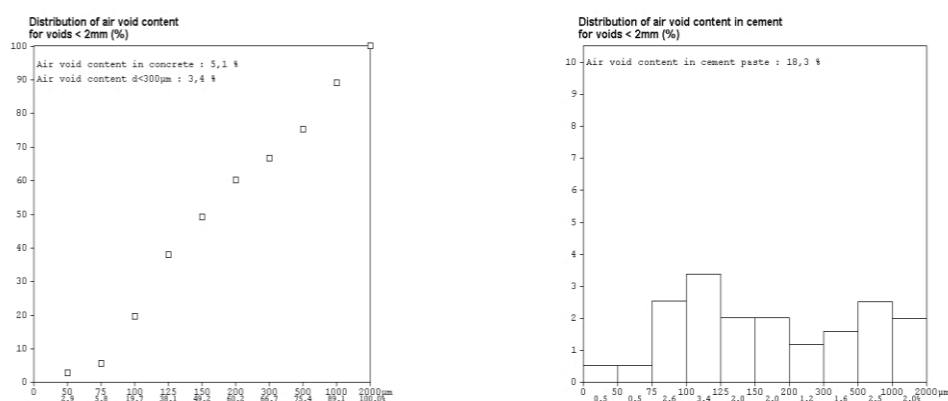
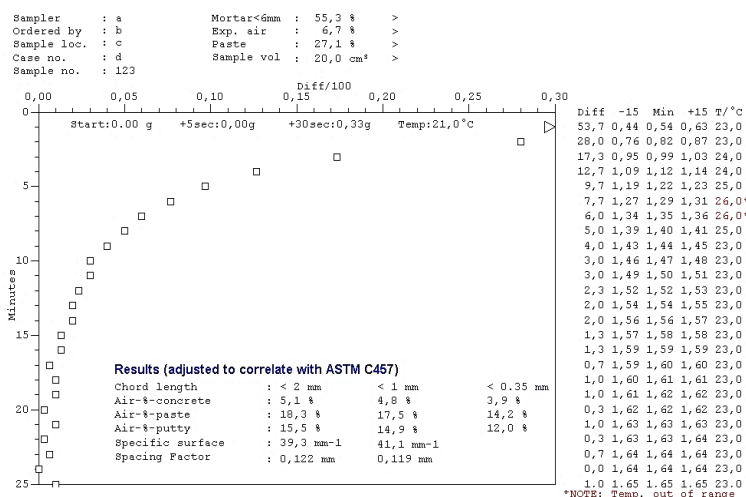


Figure 3. 3. Exemple des résultats recueillis avec l'AVA-3000 [Magura, 1996]

### c. Super air-mètre (SAM)

Le super air-mètre (SAM) est un nouvel équipement qui opère au même titre que l'air-mètre conventionnel (méthode pressiométrique), à la seule différence, c'est que le SAM emploie une nouvelle technique qui permet d'appliquer une pressurisation séquentielle (14,5, 30 et 45 psi); cela nous a permis non seulement de déterminer la teneur en air conventionnelle du béton, mais aussi une valeur dite **nombre SAM** avec laquelle le système corrèle le facteur d'espacement [Ley et Tabb, 2013; Tanesi et al., 2015]. Le principe de la méthode SAM est basé sur l'équilibre de pressions obtenues entre le haut et le bas des deux chambres du SAM (Figure 3.4). Les valeurs mesurées lors des pressurisations séquentielles ne sont enregistrées que lorsque nous nous assurons que l'équilibre entre les pressions des deux zones est atteint. Les étapes suivies permettant de mettre en pratique cette méthode sont décrites ci-dessous (Tableau 3.2 et Figure 3.5).

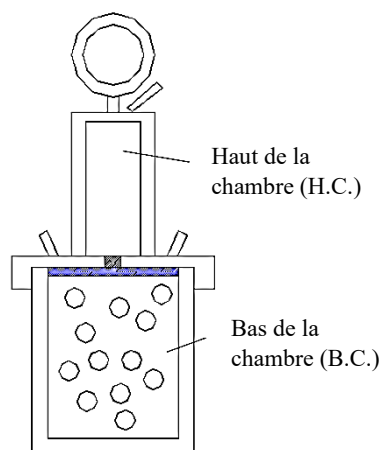


Figure 3. 4. Équilibre des pressions dans les deux chambres du SAM [Ley et al., 2016]

Table 3. 2. Étapes et variables utilisées par la méthode SAM

	Étape		Pression (Psi)
<b>Séquence 1</b> Pressurisation	1	P1 <sub>a</sub>	14,5
	2	P2 <sub>a</sub>	30
	3	P3 <sub>a</sub>	45
Dépressurisation	4	P0	0
<b>Séquence 2</b> Pressurisation	5	P1 <sub>b</sub>	14,5
	6	P2 <sub>b</sub>	30
	7	P3 <sub>b</sub>	45

**Étapes suivies :**

Séquence 1 :

- 1- Début de la pressurisation = 14,5 Psi  
=> Équilibrage des deux pressions (haut/bas)
- 2- Poursuivre la pressurisation = 30 Psi  
=> Équilibrage des deux pressions (haut/bas)
- 3- Poursuivre la pressurisation = 45 Psi  
=> Équilibrage des deux pressions (haut/bas)

Dépressurisation :

- 4- Purger le système et éliminer l'effet des pressions appliquées = 0 Psi

Séquence 2 :

- 5- Reprise de la pressurisation = 14,5 Psi  
=> Équilibrage des deux pressions (haut/bas)
- 6- Poursuivre la pressurisation = 30 Psi  
=> Équilibrage des deux pressions (haut/bas)
- 7- Poursuivre la pressurisation = 45 Psi  
=> Équilibrage des deux pressions (haut/bas)  
=> Détermination de la teneur en air (A%) et du nombre SAM

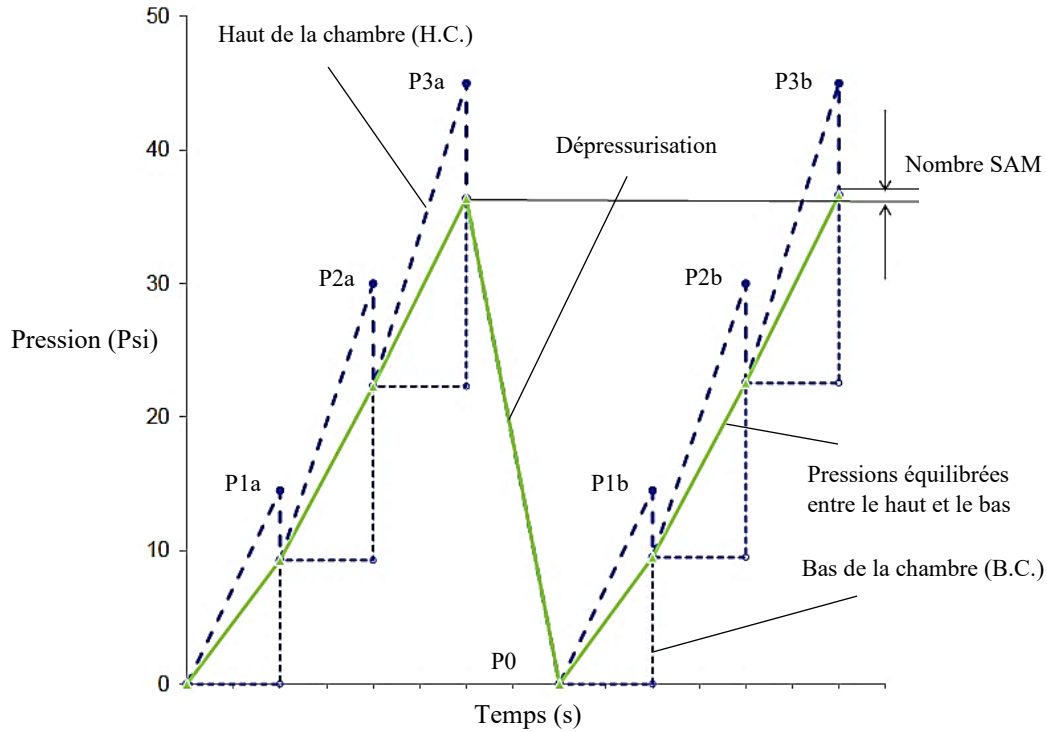


Figure 3. 5. Les différentes étapes d'une pressurisation séquentielle (SAM) [Ley et al., 2016]

La teneur en air est ainsi obtenue avec l'emploi du principe de Boyle qui établit la relation entre le volume et la pression (Figure 3.6). En outre, la teneur en air et le nombre SAM peuvent être déterminés en suivant les étapes suivantes [Ley et Tabb, 2013]:

- 1) Nous déterminons le volume  $V_{H2}$  en connaissant la valeur des 3 autres paramètres et en employant l'équation (3.2).

$$P_{H1} V_{H1} = P_{H2} V_{H2} \quad (3.2)$$

- 2) En se servant de la valeur de  $V_{H2}$  calculée à l'étape 1, nous déterminons les deux paramètres  $V_{B1}$  et  $V_{B2}$  avec les équations (3.3) et (3.4).

$$\Delta V = V_{H2} - V_{H1} = V_{B1} - V_{B2} \quad (3.3)$$

$$P_{B1} V_{B1} = P_{B2} V_{B2} \quad (3.4)$$

- 3) Nous calculons la teneur en air contenue dans le béton avec l'équation (3.5).

$$\text{Air (\%)} = \frac{V_{B1}}{V_b} * 100 \quad (3.5)$$

- 4) Le nombre SAM pourrait être déduit en soustrayant les pressions des deux étapes 1 et 2, équilibrées à 45 PSI, suivant l'équation (3.6).

$$\text{Nombre SAM} = [EP_2 - EP_1]_{45 \text{ PSI}} \quad (3.6)$$

Où,  $EP_1$  : 1<sup>er</sup> équilibre de pressions à 45 PSI

$EP_2$  : 2<sup>e</sup> équilibre de pressions à 45 PSI

$P_H1$  : pression dans le **haut** de la chambre avant l'équilibre

$V_H1$  : volume du **haut** de la chambre avant l'équilibre

$P_B1$  : pression dans le **bas** de la chambre après l'équilibre

$V_B1$  : volume du **bas** de la chambre après l'équilibre

$V_C$  : volume du contenant (SAM)

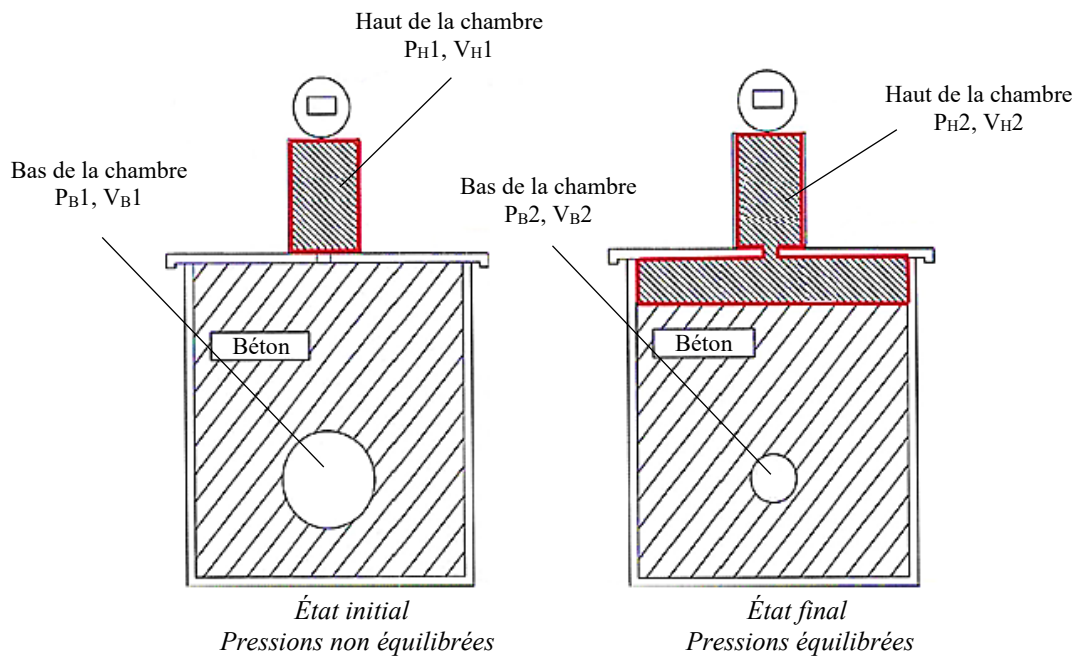


Figure 3. 6. Variations volumiques avant/après la pressurisation [Ley et al., 2016]

L'effet répétitif de pressuriser et dépressuriser le béton tend à influencer négativement l'ensemble des caractéristiques du RBA. Ce phénomène se réalise conformément à la loi d'Henry qui stipule que sous l'effet d'une certaine pression, l'air a tendance à se dissoudre dans

le fluide plutôt que de rester dans un état gazeux [Ley et al., 2016]. L'expression mathématique de cette loi est donnée par l'équation (3.7).

$$P = K_H C \quad (3.7)$$

Où,  $P$  : pression partielle du gaz [= la pression totale de la phase gazeuse multipliée par la fraction typique de la composition volumique ou molaire]

$K_H$  : constante d'Henry (fonction de la température, représentée par un seuil maximal qui correspond au minimum de solubilité)

$C$  : concentration en gaz [fraction molaire du gaz = le rapport du nombre de moles de gaz au nombre total de moles de la solution]

Durant ce phénomène, la distribution spatiale des bulles d'air exprimée par le facteur d'espacement joue un rôle très important dans la préservation ou la destruction de ces mêmes bulles lorsqu'elles sont soumises à une pression donnée. L'expérimentation réalisée par Ley (2016) sur deux mélanges ayant deux réseaux de bulles d'air distincts (c.-à-d. deux différents facteurs d'espacement : faible et élevé), ont permis de tirer les observations suivantes (Figure 3.7) :

- **Cas 1** : pour le réseau de bulle d'air ayant un **facteur d'espacement élevé**, les microbulles ont tendance à s'imploser sous l'effet de la pressurisation. Par conséquent, l'air contenu dans celles-ci tend à se dissoudre dans le liquide. Ainsi, lors de la dépressurisation (élimination de la pression) l'air aurait déjà subi une dissolution totale irréversible et la majeure partie des bulles d'air ne retrouvent jamais leur état initial.
- **Cas 2** : pour le réseau de bulles d'air ayant un **faible facteur d'espacement**, seulement une partie des microbulles s'implosent sous l'effet de la pressurisation. Ainsi, lors de la dépressurisation une partie des microbulles (non implosées) tendent à retrouver leur état initial. Néanmoins, bien que la récupération de leur l'état l'initial soit nettement meilleure que celle constatée dans le Cas1, celle-ci reste imparfaite, dû notamment au déplacement, à la coalescence et à l'implosion de quelques bulles, ce qui tend à perturber, même partiellement, le RBA.

Dans le premier cas, l'irréversibilité de l'état des bulles d'air engendre un nombre SAM élevé. Alors, que dans le deuxième cas, la réversibilité partielle résulte en un faible nombre SAM [Ley et al., 2016]. Le nombre SAM constitue donc un bon indicateur de la qualité, à la fois, du facteur d'espacement et de la surface spécifique et peut être corrélé à leur évolution. Selon sa valeur, le nombre SAM reste inversement proportionné à la teneur en air et à la surface spécifique, mais évolue parallèlement au facteur d'espacement (Tableau 3.3). Ainsi, pour un faible nombre SAM la teneur en air pourrait être jugée élevée, ce qui génère un faible facteur d'espacement et une grande surface spécifique et vice-versa [Ley et Tabb, 2013]. Or, nous pouvons constater deux situations possibles :

- *Nombre SAM [élevé]  $\Rightarrow A(\%)$  [faible]  $\Rightarrow \bar{L}$  [élevé]  $\Rightarrow \alpha$  [faible]*
- *Nombre SAM [faible]  $\Rightarrow A(\%)$  [élevé]  $\Rightarrow \bar{L}$  [faible]  $\Rightarrow \alpha$  [élevé]*

Table 3. 3. Influence du nombre SAM sur le facteur d'espacement et la surface spécifique [Ley et Tabb, 2013]

	<b>Norme</b>	<b>Mélange A</b>	<b>Mélange B</b>	<b>Mélange C</b>
Nombre SAM	-	1,65	0,90	0,23
Teneur en air (%)	[ASTM C231]	2,2	3,2	5,8
	[ASTM C457]	3,35	2,63	6,01
Facteur d'espacement (mm)	-	0,318	0,145	0,132
Surface spécifique (mm <sup>-1</sup> )	-	16,5	27,3	30,2
Pâte/Air (P/A)	-	6,58	8,38	3,67

L'établissement d'une valeur limite du nombre SAM égale à 0,20 correspondrait en réalité à un facteur d'espacement de 200  $\mu\text{m}$ , tel que recommandé par la norme ASTM C 457. Or, si le nombre SAM devait présenter des valeurs supérieures à 0,20, ceci indiquerait que le facteur d'espacement résultant serait supérieur aux valeurs préconisées, ce qui pourrait avoir des répercussions négatives sur la durabilité [Ley et al., 2016].



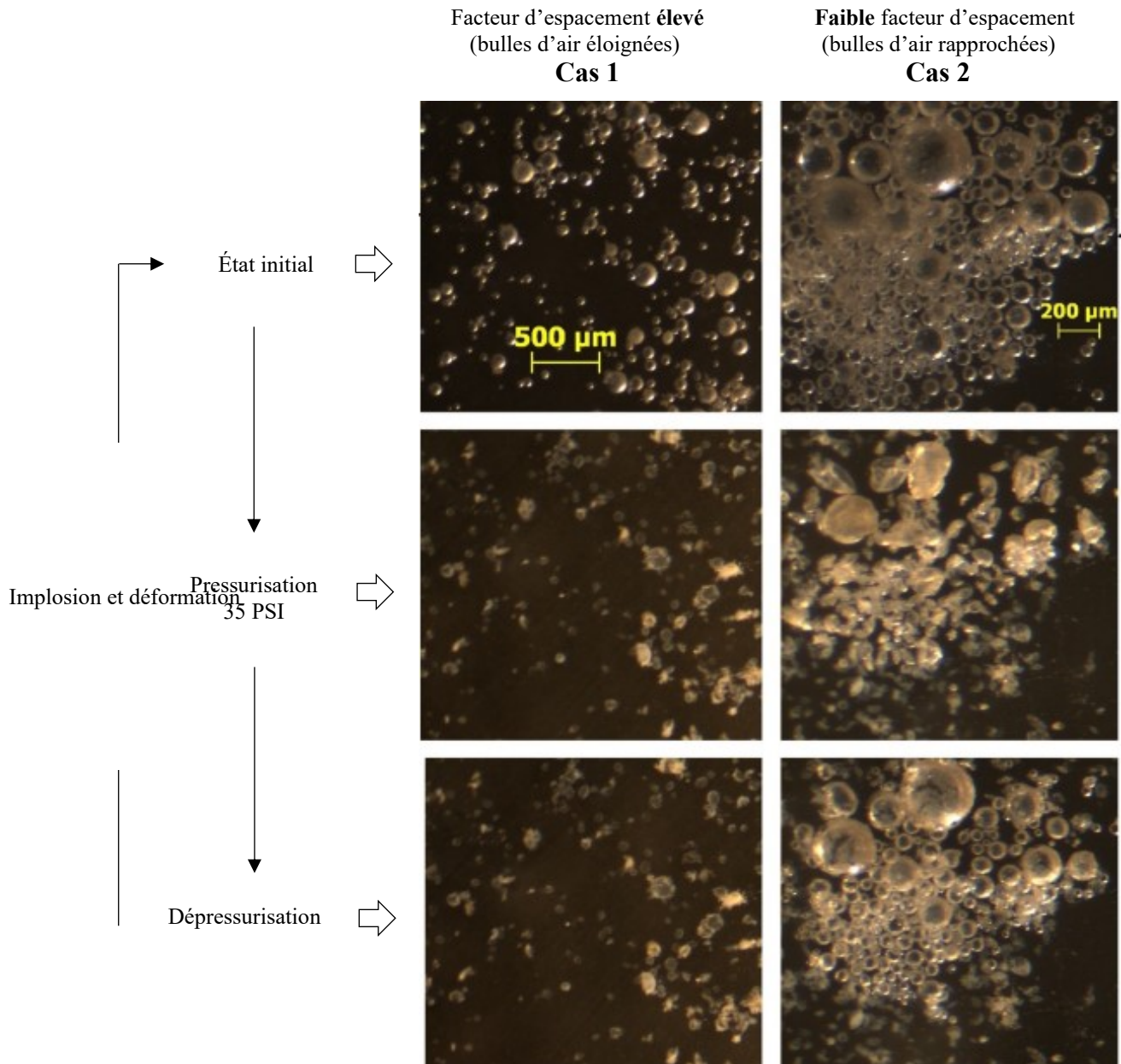


Figure 3. 7. Effet du  $\bar{L}$  lors de la pressurisation-dépressurisation sur les bulles d'air [Ley et al., 2016]

#### d. ASTM C457 Procédures A, B et C

Conformément à la norme **ASTM C457-A**, nous estimons la teneur en air des mélanges préparés au moyen d'un balayage linéaire effectué avec un microscope optique (Figure 3.8). Pour cette fin, une préparation adéquate de la surface des échantillons (10 cm x 10 cm x 2 cm) est nécessaire. Celle-ci est effectuée successivement au moyen de 4 poudres abrasives ayant



différents calibres, soient 120, 400, 600 ou 1000, et ce, dans le but de polir les surfaces des éprouvettes afin d'optimiser leur analyse. L'échantillon est par la suite balayé horizontalement sur 15 lignes parallèles. Ainsi, en fixant le PAS de mesure à 0,75 mm, nous effectuons 100 lectures par passage. Ces mêmes lignes sont espacées verticalement d'environ 4,5 mm, cela permettra d'explorer toute la surface de l'échantillon dans le but d'enregistrer la nature des éléments rencontrés lors du balayage, que ce soit pâte, granulat ou bulle d'air [Gagné, 2000]. Les résultats obtenus avec le présent procédé sont comparés à ceux déterminés avec les autres méthodes.



Figure 3. 8. Méthode ASTM C457-A

La teneur en air est par la suite estimée en se basant sur les interceptions que les points d'arrêts ont eu avec les composants de chacun des échantillons analysés. Ceux-ci peuvent identifier, selon le cas, une bulle d'air, un granulat ou encore une pâte de ciment [Gagné, 2000; Simon, 2005]. Les expressions des équations permettant cette estimation sont montrées ci-dessous :

$$\bar{L}_1 = \frac{3}{\alpha} \left[ 1,4 \left( \frac{P}{A} + 1 \right)^{\frac{1}{3}} - 1 \right] \quad (3.8)$$

$$\bar{L}_2 = \frac{Sp \, l}{4 \, N} \quad (3.9)$$

$$\alpha = \frac{4 \, N}{Sp \, l} = \frac{4}{\bar{L}} \quad (3.10)$$

$$A(\%) = \frac{Sv}{St} * 100 \quad (3.11)$$

Où,  $Sv$  : nombre d'arrêts sur vide  
 $Sp$  : nombre d'arrêts sur pâte  
 $N$  : nombre de bulles d'air interceptées  
 $St$  : nombre d'arrêts totaux  
 $A(\%)$  : teneur en air estimée

Lorsque nous sommes confrontés à choisir entre les deux équations (3.8) et (3.9), nous choisissons celle qui donne un plus grand facteur d'espacement [Gagné, 2000; Simon, 2005]. Autrement dit, deux situations peuvent se présenter :

$$\begin{cases} \frac{P}{A} > 4,432 & \Rightarrow \text{Utilisation de l'équation (3.8)} \\ \text{ou} \\ \frac{P}{A} < 4,432 & \Rightarrow \text{Utilisation de l'équation (3.9)} \end{cases} \quad (3.12)$$

De plus, la méthode **ASTM C457-B** repose sur une analyse réalisée au moyen d'un dispositif nommé RapidAir 457, qui consiste à compter de façon automatique les cordes interceptées lors du balayage des plaques de béton polies auxquels nous faisons subir un certain traitement de surface pour optimiser leurs résultats. Les principales étapes de cette méthode (Figure 3.9) :

- Récupération des mêmes plaques polies utilisées dans la procédure A;
- Peindre la surface en noir (encre de Chine ou un marqueur de type Sharpie);
- Application minutieuse du sulfate de baryum, d'une pâte riche en oxyde de zinc ou d'une poudre blanche;
- Choisir un seuil de lumière (thresholding) adéquat;
- Lecture/analyse au moyen du dispositif.

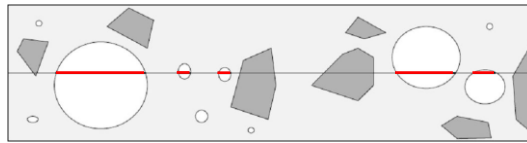


Figure 3. 9. Méthode RapidAir 457

Par ailleurs, la méthode **ASTM C457-C** présente une grande ressemblance à la procédure B et tend à passer par les mêmes étapes énumérées précédemment. Toutefois, l'analyse effectuée par l'opérateur, est basée sur le traitement numérique d'images, qui consiste à regrouper, après binarisation, les pixels par nature et région. Les principales étapes de cette méthode sont (Figure 3.10) :

- Scanner la plaque avec une résolution adéquate;
- Emploi d'un logiciel de traitement d'image (c.-à-d. imageJ);
- Emploi d'un sous-programme (c.-à-d. ShapeFilter).

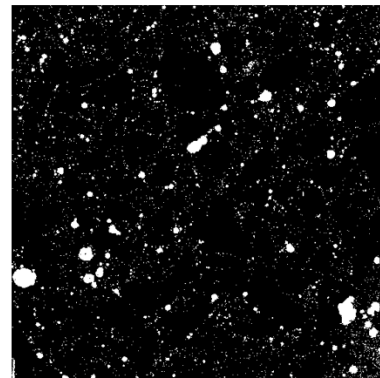


Figure 3. 10. Analyse par segmentation d'image

### 3.5 Modes de cisaillement

Les mélanges préparés sont soumis à différents états de cisaillement, qui se résument en un premier mode statique (au repos), un second mode semi-statique ( $\approx 4$  rpm) et un dernier mode dynamique (pompage). Dans les formulations soumises aux différents modes de cisaillement, nous avons varié, selon le cas, plusieurs de leurs propriétés (viscosité, système d'adjuvant, etc.) afin de couvrir un large champ d'application. Les modes simulés sont :

#### 3.5.1 Mode statique

Dans le cas des BAP, le mode statique simulera leur comportement à l'intérieur des coffrages. Ainsi, une fois les mélanges formulés, une quantité de ceux-ci est mise au repos, sans lui faire subir aucune manipulation, nous éliminerons ainsi toute source d'énergie extérieure. Aussitôt que le malaxage de la gâchée est terminé, nous prélevons un échantillon qui sera testé au moyen des méthodes ASTM C231, AVA-3000 et SAM, afin de déterminer les caractéristiques de son RBA à 0 min, qui correspond à la fin de la séquence de malaxage. Celui-ci nous servira de référence afin de le comparer aux deux autres échantillons prélevés à 30 et 60 min (Figure 3.11). La comparaison nous permettra de statuer sur le degré d'influence du mode stationnaire, dans le temps, sur la qualité du RBA initialement produit et de déterminer lesquelles des fractions (tailles des bulles) sont les plus affectées.



Figure 3. 11. Mode statique

### 3.5.2 Mode semi-statique

Le mode semi-statique est expérimenté sur les mélanges étudiés pour simuler leur comportement pendant le transport. Les mélanges sont gardés dans le malaxeur à un faible cisaillement de l'ordre de 4 rpm. Les différents essais (ASTM C231, AVA-3000 et SAM) seront réalisés à des périodes prédéterminées, soit à 0, 30 et 60 min.

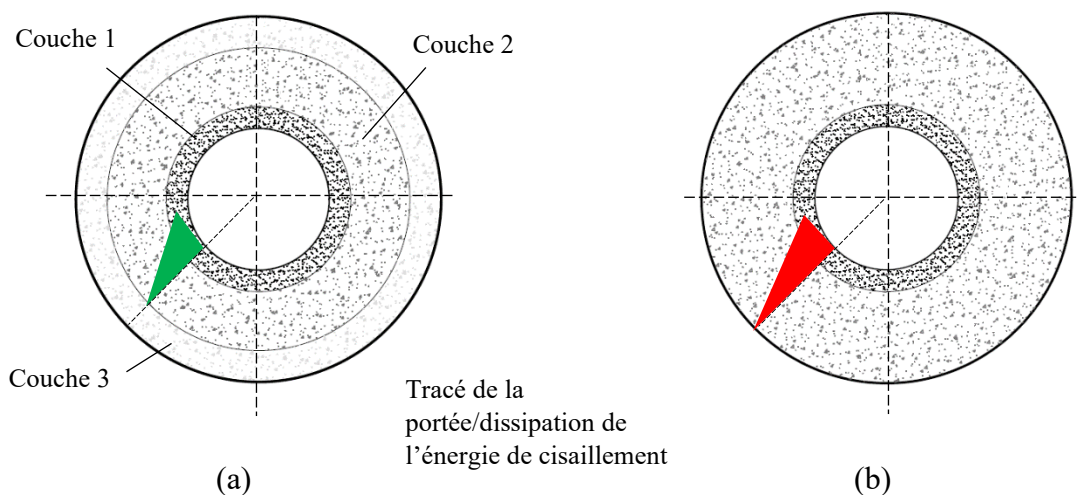
### 3.5.3 Mode dynamique

L'expérimentation du mode dynamique simule les travaux de pompage. Celle-ci est effectuée au moyen d'un tribomètre (Figure 3.12). Le tribomètre est un dispositif souvent employé pour simuler le comportement du béton lors des travaux de pompage. Sous l'effet du cisaillement, la rotation du tribomètre engendre la formation, selon la rhéologie des mélanges et le protocole de cisaillement choisi, trois couches distinctes (Figure 3.13) :

- Couche 1 : couche intérieure formée principalement de laitance et de fines particules;
- Couche 2 : couche intermédiaire composée de béton cisailé;
- Couche 3 : couche extérieure formée de béton non cisailé.



Figure 3. 12. Tribomètre développé à l'Université de Sherbrooke



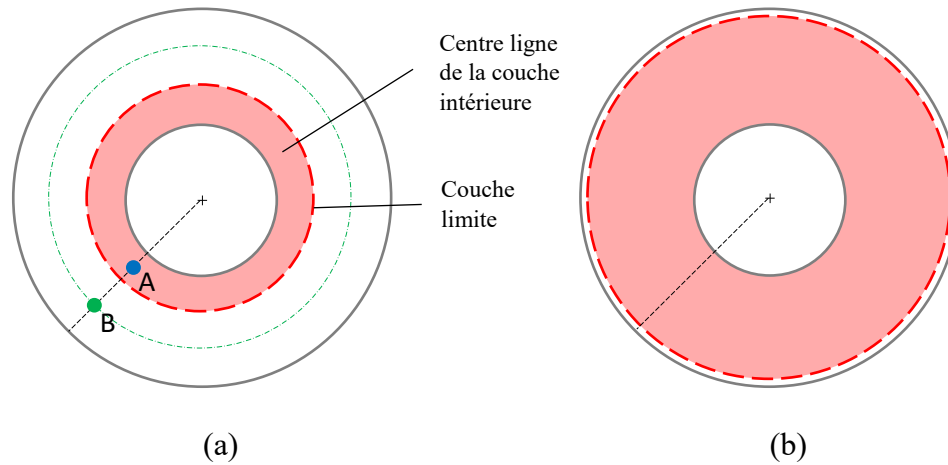
(a) : faible portée de l'énergie de cisaillement (béton partiellement cisailé)  
 (b) : grande portée (béton entièrement cisailé)

Figure 3. 13. Couches formées avec le tribomètre

Sous l'effet de l'accélération du mécanisme rotatif, les forces de friction et de cisaillement générées tendent à segmenter les constituants du mélange. Ainsi, les fines particules sont rassemblées au centre (source du cisaillement) où nous verrons la naissance d'une délimitation communément appelée ***couche limite***, tandis que les éléments plus gros et plus lourds sont envoyés vers la périphérie. Dépendamment du protocole de cisaillement et sous l'influence de la force rotative, cette dernière tend à se dissiper graduellement aussitôt que nous éloignons du centre, ce qui sépare ce même béton en une couche cisailée et une deuxième, non cisailée. Les épaisseurs des 3 couches restent variables et dépendent, dans le cas présent, de la viscosité des mélanges produits [Khatib, 2013; Feys et al., 2014]. Concernant le protocole de cisaillement, il s'agit d'appliquer une vitesse de rotation de 0,9 rps pendant 2,5 minutes.

Après l'application du mode dynamique, l'échantillonnage est réalisé selon le cas, à un seul ou à deux endroits situés aux centres des couches formées. Ainsi, deux situations possibles peuvent survenir, et ce, dépendamment du profil de l'énergie de cisaillement. Lorsque le béton est entièrement cisailé, nous n'échantillonnons qu'à un seul endroit identifié « C » (Figure 3.14-b), du fait que nous voyons former qu'une seule et unique couche. Toutefois, si le cisaillement est considéré comme partiel (formation de deux couches distinctes), nous échantillonnons à deux endroits identifiés « A et B » (Figure 3.14-a). Ces échantillons sont analysés pour

déterminer la teneur en air et la répartition des microbulles. Les échantillons sont prélevés à un instant  $t = 0$ , soit tout juste après la formulation ou subséquemment après la fin de la réalisation de chaque essai tribométrique.



(a) : formation de deux couches distinctes; (b) formation d'une couche unique

Figure 3. 14. Emplacement des échantillons pour l'essai AVA-3000

### 3.6 Phase de simulations numériques

Le logiciel employé dans la Phase 4 (Flow-3D) est un logiciel utilisé pour des fins de modélisation par volumes finis, employant une fonction communément appelée **volume of fluid (VOF)**. Ce programme est adapté pour la résolution de problèmes complexes notamment ceux en lien avec le comportement dynamique des fluides (écoulement) et des gaz (Fig. 3.15), par le moyen d'une analyse computationnelle poussée en 2D/3D. Ainsi, plusieurs modèles seront analysés avec ce principe et simuleront le comportement des bulles d'air dans les mortiers/bétons à l'état statique et dynamique. Le maillage adopté sera celui proposé par le code de calcul, néanmoins, nous gardons la possibilité d'intervenir au besoin pour le raffiner.

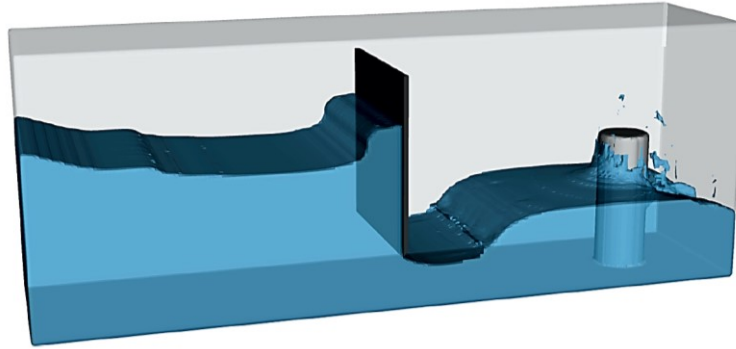


Figure 3. 15. Simulation de l'écoulement d'un fluide avec la méthode VOF [Katopodes, 2019]

### 3.6.1 Volume of fluid (VOF)

Dans la mécanique des fluides, l'analyse numérique de l'écoulement incompressible des surfaces libres représente un problème majeur. L'utilisation d'un maillage déformable pour suivre l'évolution de ces interfaces semble être inefficace, à moins d'intégrer une sous-routine qui force l'exécution d'un nouveau remaillage à chaque pas de temps, ce qui pourrait alourdir l'exécution du programme et augmenter le temps de calcul. Malgré les quelques difficultés que présente cette méthode, l'idée de décortiquer et de suivre une surface géométrique par morceaux devient donc possible. Néanmoins, l'image et/ou la structure géométrique de la surface libre reconstruite devient après quelques pas de temps embrouillée (absence de la netteté de l'interface) et la transformation est alors jugée inexacte (Fig. 3.16). Les premières tentatives ont été menées par DeBar (1974) et par Noh et Woodward (1976) basées sur les principes de la méthode SLIC (simple line interface calculation). Malgré la simplicité de leurs modèles, la méthode appliquée présentait, jusqu'à certains points, de la robustesse. Toutefois, le problème d'embrouillement de la surface libre était toujours présent. En réalité, la combinaison des deux balayages unidimensionnels devrait donner une reconstruction le plus fidèlement possible de la géométrie réelle. Néanmoins, une diffusion non physique du fluide pourrait survenir, notamment lorsque le maillage (dimension des cellules) est inapproprié laissant croire, par exemple, la présence du fluide dans des endroits où il n'était pas censé se trouver. Notons que cette méthode est grandement affectée par la dimension des cellules, du fait qu'elle dépend du type de maillage choisi. De plus, cette méthode se définit par une autre particularité intéressante,



qui a pour objet de permettre la rupture des interfaces prenant en considération les échappements et éclatements possibles touchant les bulles d'air [Katopodes, 2019].

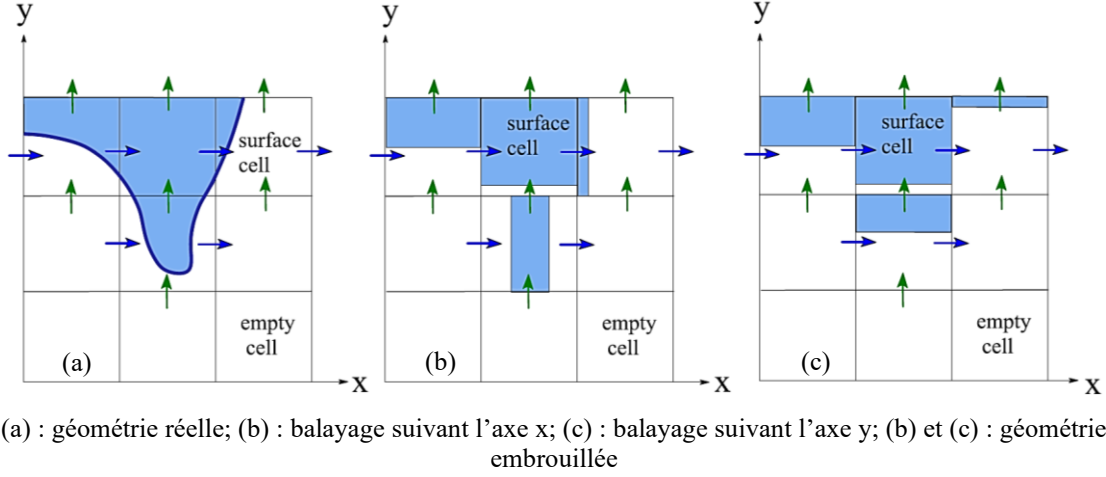


Figure 3. 16. Balayage directionnel alterné selon la méthode SLIC [Katopodes, 2019]

La fonction VOF est une méthode basée sur la reconstruction de l'interface du fluide, elle a été améliorée par Hirt et Nichols, notamment en ce qui a trait au lissage numérique des interfaces. Cette application permet d'effectuer des déplacements décortiqués, ce qui lui procure une plus grande souplesse, robustesse et précision, notamment dans le cas de l'écoulement des fluides [Hirt et Nichols, 1980; Katopodes, 2019]. Le principe fondamental de l'analyse de l'écoulement des fluides complexes, est basé sur l'équation de Navier-Stokes où son expression générale est donnée comme suit :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial u}{\partial t} + u \frac{\partial u}{\partial x} + v \frac{\partial u}{\partial y} = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial p}{\partial x} + g_x + v \left[ \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} + \xi \left( \frac{1}{x} \frac{\partial u}{\partial x} - \frac{u}{x^2} \right) \right] \\ \frac{\partial v}{\partial t} + u \frac{\partial v}{\partial x} + v \frac{\partial v}{\partial y} = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial p}{\partial y} + g_y + v \left[ \frac{\partial^2 v}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 v}{\partial y^2} + \frac{\xi}{x} \frac{\partial v}{\partial x} \right] \end{array} \right. \quad (3.13)$$

#### a. Fractionnement volumique du fluide

La méthode VOF, intégrée au logiciel FLOW3D®, est basée sur l'approche donneur-récepteur (Figure 3.17). Dans ce cas, les informations temporaires de chaque côté de deux cellules voisines sont établies pour effectuer un transfère qui permettra une reconstruction provisoire de

l'interface tout en assurant le déplacement dynamique anticipé des différentes phases (air, fluide, etc.). Cette reconstruction transitoire sera employée par la suite dans les calculs de l'écoulement [Katopodes, 2019]. Le procédé de la méthode VOF-FLOW3D est basé sur la solution Eulérienne, qui par sa performance permet à cette méthode de procurer stabilité et précision, notamment pour les modèles traitant des écoulements complexes. Elle permet de délimiter avec précision l'interface étudiée, notamment lorsqu'un suivi de son déplacement est nécessaire. Cette solution convient principalement aux écoulements visqueux et laminaires [Hirt et Nichols, 1980]. Dans la méthode Eulérienne, l'écoulement du fluide est établi à un instant donné par l'ensemble de vitesses associées à chaque point du fluide. Dans ce cas, nous disons que l'écoulement est décrit au moyen d'un champ de vitesses. Le maillage dans celle-ci reste fixe et c'est aux régions de fluide de changer d'emplacement et de forme à l'intérieur de cette grille cellulaire où la nouvelle interface est reconstruite à chaque pas de temps. Néanmoins, cette méthode présente quelques imprécisions, notamment aux frontières limites des interfaces où la décomposition de l'équation de mouvement est impossible. Autrement dit, lorsque les caractéristiques de l'interface sont inférieures à la taille des cellules maillées, la méthode atteint ses limites et ne permet pas de respecter le principe de la conservation de la masse. Par conséquent, il est recommandé de raffiner le maillage vis-à-vis ces zones critiques [Katopodes, 2019].

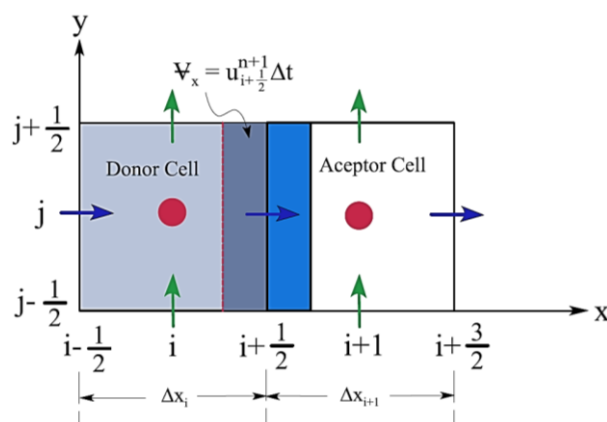


Figure 3. 17. Principe de transfère donneur-récepteur

Le principe de ce procédé est basé sur l'identification de chaque volume fractionnel au moyen de l'équation  $F_v$  qui varie, selon le cas, entre 0 et 1. Notons que cette fonction tend à évoluer suivant un processus complexe et délicat. En outre, lors de la segmentation computationnelle

réalisée par le logiciel FLOW3D®, une valeur unitaire égale à « 1 » indique que la cellule est pleine de fluide, tandis qu'une valeur nulle signale une cellule vide. Or, les cellules avec des valeurs comprises entre 0 et 1 doivent alors contenir une valeur limite (Figure 3.18) [Barkhudarov, 2003; Katopodes, 2019]. Le volume dans chacune des cellules maillées est donné par l'équation suivante :

$$F_v = F V_f d_x d_y d_z \quad (3.14)$$

Indépendamment de la masse du fluide, l'équation cinématique de son volume exprimée par la fonction «  $F$  », qui détermine le taux d'occupation du fluide dans chacune des cellules, est donnée par l'équation suivante :

$$V_f \frac{\partial F_v}{\partial t} + \nabla \cdot (S U F_v) = 0 \quad (3.15)$$

Où,  $V_f$  : fractionnement volumique

$S$  : fractionnement surfacique

$U$  : vitesse d'écoulement

Les deux paramètres  $V_f$  et  $S$  décrivent les contraintes liées à la géométrie.

Avec,  $S = (s_x, s_y, s_z)$

$U = (u, v, w)$

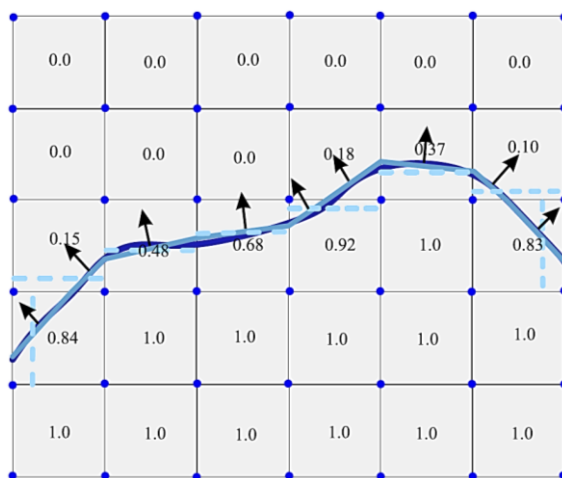


Figure 3. 18. Reconstruction du taux d'occupation des cellules maillées par le fluide [Katopodes, 2019]

La stabilité offerte par cette méthode permet, lors de la résolution numérique de l'équation (3.15), d'obtenir une meilleure convergence. Cela permet de réduire les distorsions non physiques (erreurs), notamment au niveau des frontières du modèle, ce qui permettra de les garder nettes et précises. L'emploi de la fonction VOF dans le calcul du flux volumique du fluide lors de son écoulement permet de suivre son évolution tout en reconstruisant géométriquement l'interface de ses frontières.

Lors de l'analyse du comportement des bulles d'air dans le béton, le code de calcul FLOW3D® permet de décomposer les deux principales entités (fluide vs bulles d'air) en deux phases distinctes, une première phase *continue* composée de fluide et une deuxième phase *dispersée* formée de l'ensemble des bulles d'air, tout en préservant les possibles interactions préexistantes entre bulle-bulle et fluide-bulle. Ainsi, le balayage effectué lors de l'assemblage computationnel pour identifier le volume fractionnel après maillage de l'occupation de chacune des cellules par l'une ou l'autre des deux phases est donné par l'équation suivante :

$$F_v = F_1 + F_2 \quad (3.16)$$

Où,  $F_1$  : phase continue (fluide) = 1

$F_2$  : phase dispersée (bulles d'air) = 0

De plus, étant donné que les deux phases sont considérées comme étant immiscibles, la masse volumique résultante-équivalente représente la somme de toutes les masses volumiques pondérées de chacune des phases susmentionnées. Son expression est donnée par l'équation suivante :

$$\rho_e = \sum F_v \rho_v \quad (3.17)$$

La viscosité du mélange, en fonction du taux d'occupation des cellules, bien que celle des bulles d'air soit nettement inférieure à celle du béton, est donnée par l'équation (3.6).

$$\eta_e = \sum \frac{F_v \rho_v \mu_v}{F_v \rho_v} \quad (3.18)$$

#### b. Propriétés des cellules aux interfaces limites

Dans les simulations numériques, la **pression** est généralement définie aux centres des cellules maillées. Il est donc difficile d'imaginer celle d'une cellule partiellement remplie où, dépendamment de la position altimétrique de l'interface du fluide, son centre pourrait se trouver à l'extérieur (Figure 3.19). Afin de considérer cette variabilité et éviter une résolution erronée, une méthode simplificatrice est intégrée au modèle original, celle-ci propose une pondération moyenne basée sur un accompagnement distancié exprimé par l'équation (3.19).

$$P_{i,j} = \alpha P_1 + (1 - \alpha) P_2 \quad (3.19)$$

$$\alpha = \frac{d_c}{d} \quad (3.20)$$

Où,  $P_{i,j}$  : pression au centre de la cellule

$\alpha$  : coefficient de pondération

$P_1$  et  $P_2$  : pressions des deux fluides (air, béton)

$d$  et  $d_c$  : distances entre le centre de la cellule inférieure et l'interface air-fluide, et la distance entre les deux centres des deux cellules inférieure et supérieure.

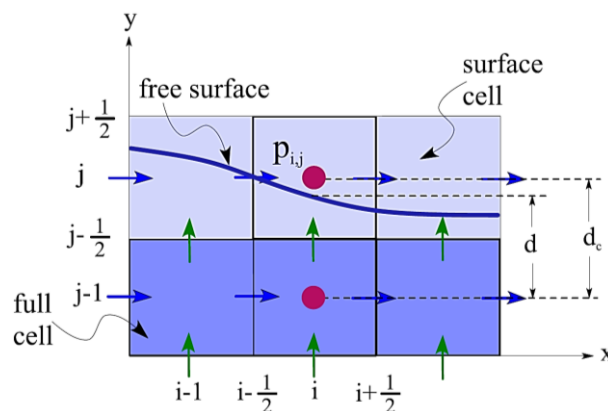


Figure 3. 19. Pondération de la pression dans les zones d'interface

Il convient de noter que cette pondération est aussi employée dans la détermination des autres caractéristiques, telles que la **masse volumique**, la **viscosité**, exprimées par les deux équations suivantes [Ketabdari, 2016] :

$$\rho_{i,j} = \alpha \rho_1 + (1 - \alpha) \rho_2 \quad (3.21)$$

$$\mu_{i,j} = \alpha \mu_1 + (1 - \alpha) \mu_2 \quad (3.22)$$

### 3.7 Conclusion

La compréhension du mode opératoire des méthodes d'essais décrites dans ce chapitre, la différence entre les modes de cisaillement (statique, semi-statique et dynamique) appliqués et leurs apports, ainsi que le principe de fonctionnement des modules interconnectés couvrant les différentes fonctions du code de calcul FLOW3D, notamment la fonction VOF, contribueront à la compréhension et à l'analyse des résultats obtenus.

### 3.8 Références

ASTM C29/C29M-17a, Standard Test Method for Bulk Density (Unit Weight) and Voids in Aggregate, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017, [www.astm.org](http://www.astm.org).

ASTM C457/C457M-16, Standard Test Method for Microscopical Determination of Parameters of the Air-Void System in Hardened Concrete, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2016, [www.astm.org](http://www.astm.org).

EN-413, Norme européenne décrit les méthodes d'essai de référence

ASTM C185, Standard Test Method for Air Content of Hydraulic Cement Mortar, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015, [www.astm.org](http://www.astm.org).

EN-459, Définitions, spécifications et critères de conformité, Norme européenne.

ASTM C231/C231M-17a, Standard Test Method for Air Content of Freshly Mixed Concrete by the Pressure Method, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017, [www.astm.org](http://www.astm.org).

A23.2-24C, Standard Practice for sampling, testing, and inspection of concrete for qualification and acceptance purposes D.D. Magura (1996). Air Void Analyzer Evaluation. Construction Technology Laboratories. Inc., Report FHWA-SA-96-062. Washington. USA. 131.

Ley, M.T., Tabb, B., (2013). Development of a robust field technique to quantify the air-void distribution in fresh concrete (Report No. OTCREOS9.1-31-F). Stillwater, Oklahoma Transportation Center.

Tanesi J., Kim H., Beyene M. et Ardani A. (2015). Super Air Meter for Assessing Air-Void System of Fresh Concrete, *Advances in Civil Engineering Materials*, Vol. 5, No. 2, 2016, pp. 22-37

Ley T., Tabb B., Felice R., Freeman J. M., Frazier R., Welch D., Khatibmasjedi M. et LeFlore J (2016). The Super Air Meter (SAM) : A Test for Plastic Concrete, 2016 Conference Presentations – Delaware. <http://www.nesmea.uconn.edu/2016-conference-presentations-delaware>

Gagné R. (2000). Durabilité et réparation du béton, Notes de cours GCI 714, Département de génie civil, Université de Sherbrooke.

Simon M. J. (2005). An Interlaboratory Evaluation of Variability in the ASTM C 457 Linear Traverse Method, Missouri department of Transportation, Final report RI98-006B

Khatib R. (2013). Analysis and prediction of pumping characteristics of high-strength self-consolidating concrete, Thèse de doctorat, Université de Sherbrooke, Canada

Feys, D., Khayat, K.H., Perez-Schell, A., Khatib, R., 2014. Development of a tribometer to characterize lubrication layer properties of self-consolidating concrete, *Cement and Concrete Composites*, 54, pp. 40-52

Katopodes, N.D., 2019. Volume of Fluid Method (Chapter 12), Editor(s): Nikolaos D. Katopodes, *Free-Surface Flow*, Butterworth-Heinemann, 766-802. ISBN 9780128154854, <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-815485-4.00018-8>.

DeBar, R., 1974. Fundamentals of the Kraken Code. Report UCIR-760. Lawrence Livermore Laboratory.

Noh, W.F., Woodward, P., 1976. SLIC (Simple Line Interface Calculation). In: Fifth International Conference on Numerical Methods in Fluid Dynamics. Enschede, The Netherlands, June 28-30, 1976. Lawrence Livermore Laboratory.

Hirt, C.W., Nicolas, B.D., 1981. Volume of fluid (VOF) method for the dynamics of free boundaries, J. Comput. Phys. 39 (1) (1981) 201-225.

Barkhudarov, 2003. Semi-Lagrangian VOF Advection Method for FLOW-3D, Reference FSI-03-TN63.

Ketabdari, M.J., 2016. Free Surface Flow Simulation Using VOF Method (Chapter 15), Editor(s): Ricardo Lopez-Ruiz, Free-Surface Flow, Butterworth-Heinemann, 365-398. ISBN 978-953-51-2565-5, Numerical Simulation from Brain Imaging to Turbulent Flows. <http://dx.doi.org/10.5772/64161>

FLOW3D® Software User Guide, Flow Science Inc, 2016. <https://www.flow3d.com>.



## Chapitre 4 : Simulation numérique de la stabilité statique et dynamique des bulles d'air dans des matériaux fluides à base de ciment

### Numerical simulation of static and dynamic stability of air bubbles in highly flowable cement-based materials

#### Auteurs et affiliations

Toufik Fantous : Candidat au doctorat, Département de Génie Civil, Université de Sherbrooke, 2500, Boulevard de l'Université, Sherbrooke (QC), J1K 2R1, Canada.

Masoud Hosseinpour : Chercheur (Post-doc), Département de Génie Civil, Université de Sherbrooke, 2500, Boulevard de l'Université, Sherbrooke (QC), J1K 2R1, Canada.

Ammar Yahia : Professeur associé, Département de Génie Civil, Université de Sherbrooke, 2500, Boulevard de l'Université, Sherbrooke (QC), J1K 2R1, Canada.

Brahim Selma : Chercheur à l'institut de recherche d'Hydro-Québec (IREQ), Laboratoires de recherche et d'essais de Varennes, 1800, boul. Lionel-Boulet, Varennes (QC), J3X 1S1, Canada

**Titre du journal :** Journal Materials Today Communications (MTCOMM) - Elsevier

**Statut :** Soumis le 7 août 2019

**Référence :** T. Fantous, M. Hosseinpour, A. Yahia, and B. Selma, (2019). Numerical simulation of static and dynamic stability of air bubbles in highly flowable cement-based materials.

<https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2019.100871>

## 4.1 Résumé

La mécanique des fluides numériques (MFN) et la méthode d'analyse par segmentation d'images sont utilisées pour simuler la performance de l'écoulement et la stabilité du réseau de bulles d'air dans des matériaux fluides à base de ciment sous forme d'un système triphasique gaz-liquide-solide employant un modèle ayant une configuration d'un tribomètre cylindrique coaxial. Les caractéristiques étudiées sont la vitesse d'écoulement, le taux de cisaillement et les amplitudes de pression des suspensions, ainsi que le déplacement, l'allongement, l'angle d'orientation et la vitesse d'échappement des bulles d'air dans les plans parallèle et perpendiculaire aux directions d'écoulement. Les modes de cisaillement statique et dynamique ainsi que différentes zones de cisaillement ont été évalués. Différents fluides suspendant ayant différentes valeurs de viscosité plastique et de tension superficielle variant respectivement entre 5 et 30 Pa.s, et entre 5 et 73 mN/m, ont été étudiés. Les suspensions sont constituées de particules solides sphériques de 5, 4 et 2,5 mm de diamètre représentant un volume de 3,8%, ainsi que 18 et 150 bulles d'air de respectivement 2 et 1 mm de diamètre, correspondant à un volume d'air de 7%. Selon les résultats numériques, le mode de cisaillement et la distance par rapport à la source de cisaillement sont les paramètres pouvant affecter, le plus, la performance de l'écoulement et la stabilité du réseau de bulles d'air, par rapport aux caractéristiques du fluide en suspension. De plus, le diamètre et les positions verticales initiales des bulles d'air peuvent affecter de manière significative leurs stabilité.

## 4.2 Abstract

A computational fluid dynamics (CFD) software and image analysis technique were used to simulate the flow performance and stability characteristics of air-void system (AVS) of fresh highly flowable cement-based materials as a three-phases gas-liquid-solid system using a coaxial cylinders tribometer set-up. The investigated characteristics consist of flow velocity, shear rate, and pressure magnitudes of the suspensions, as well as displacement, elongation, orientation angle, and rising velocity of the air bubbles in both parallel and perpendicular planes to flow directions. Static and dynamic shear modes as well as different shearing zones were evaluated. Different suspending fluids having different plastic viscosity and surface tension values varying between 5 and 30 Pa.s and 5 and 73 mN/m, respectively, were investigated. The

suspensions consisted of spherical solid particles of 2.5, 4, and 5 mm diameter with 3.8% volumetric content, as well as 18 and 150 air bubbles of 2- and 1-mm diameter, respectively, corresponding to 7% volumetric content. According to the numerical results, the shearing mode and distance from the shearing source were shown to be the most dominant parameters affecting the flow performance and stability of air-void system in highly flowable cement-based materials, compared to the suspending fluid characteristics. Moreover, both the diameter and initial vertical positions of the air bubbles can significantly affect their stability characteristics.

## **Keywords**

Air void system; Gas-liquid-solid flow simulation; Highly flowable cement-based materials; Rheology; Shear modes; Surface tension.

## **4.3 Introduction**

Self-consolidating concrete (SCC) is a highly flowable concrete that can spread and flow under its own weight without any vibration to achieve uniform formwork filling [1-2]. The presence of a stable air-void system (AVS) in concrete that consist of several micro air bubbles is necessary to ensure its durability against freeze and thaw cycles. The higher fluidity of cement paste and mortar matrices in SCC mixtures, compared to conventional concrete, can negatively affect the stability of AVS. Accordingly, the effect of characteristics of the suspending matrix (cement paste or mortar) and its interface with the air bubbles of AVS in SCC need to be investigated. These characteristics consist of rheological properties of the suspending matrix and its interface surface tension with air bubbles. The air bubbles in concrete are generally stabilised using a surfactant, which is referred to an air-entraining agents (AEA), characterizing the membrane surrounding the air bubbles (air-liquid interface). The AEA reduces the surface tension of water, which affect the properties of the AVS [3-4]. SCC can exhibit different shearing conditions during the mixing, transportation (e.g., pumping), and casting processes. This can affect the stability of AVA caused by agitation and shearing [3]. Therefore, the effect of different shear modes on stability of AVS should also be considered.

Rising of air bubbles through suspending fluids with different rheological properties is a complex phenomenon [5-9]. The stability of AVS is defined by the buoyancy of air bubbles in an equilibrium with other exerted forces. The forces affecting the rising of AVS in a suspending fluid can be classified as positive and negative forces, which act in the same and opposite directions of air bubble's rising, respectively. The positive and negative forces can, respectively, accelerate and slow down the rising movement of air bubbles [10-11]. According to Navier-Stokes governing equations, the equilibrium of these forces can result in different rising motion and deformation patterns (i.e., elongation, dissolution, and coalescence) of the air bubbles. Moreover, in non-Newtonian fluid materials (e.g., concrete), the rheological behavior is usually described by the relationship between the stress tensor, strain rates, and eventually the time [12]. Accordingly, the thermodynamics of air bubbles and the suspending fluid dynamics can explain the behavior of AVS suspended in fresh concrete.

Rheological properties of cement paste and mortar matrices significantly affect the SCC performance during mixing, transportation, and casting processes [13-15]. The viscous forces tend to uniformly distribute the solid particles and air bubbles in the matrix [14]. The composition of cement paste and mortar can affect their yield stress and plastic viscosity values as well as the air content [16-28]. Kostrzanowska-Siedlarz and Gołaszewski [28] showed that a decrease in yield stress can result in higher rising and eventually escaping air bubbles. This can decrease the air content in fresh concrete. On the other hand, the behavior of air bubbles in vertical and horizontal flow directions is dominantly controlled by the viscous forces [11, 29-30]. Accordingly, the coalescence and rising of the air bubbles can occur when the external forces outweigh the viscous force. Indeed, the drag force exerted on the air bubble significantly depends on the viscosity of the suspending fluid. For example, in the case of highly viscous suspending fluids, the drag force is higher enough to resist the rising and coalescence of air bubbles, thus maintaining them homogeneously stables in concrete [29, 31].

For high viscosity and yield stress concrete mixtures, the mechanical consolidation is recommended to eliminate the large entrapped air bubbles [15, 32]. On the other hand, lower viscosity suspending fluid results in lower drag force that may not be able to prevent the air bubbles to rise. Air bubbles tend to gather and minimize their individual surface energies and,

eventually, merge to form larger bubbles (i.e., coalescence) [33]. Therefore, their displacement is facilitated in the case of low viscosity suspending matrix [34], hence resulting less stable AVS. Accordingly, from a rheological point of view, it is necessary to optimize the rheological properties of the suspending matrix (cement paste or mortar) in order to ensure a stable AVS in fresh SCC.

Generally, the viscous forces dominate the inertial ones in the various concrete casting processes, by producing different shearing conditions. Therefore, the flow regime can be assumed to be laminar (i.e., low Reynolds number) [5, 11]. Shearing can significantly influence the rheology and AVS characteristics of fresh concrete [35-38]. Several researches indicated that even very small shear-induced agitations can destabilize the AVS [3, 39-41]. On the other hand, Kojima et al. [42] showed that the rising velocity of air bubbles is proportional to their diameters. Accordingly, larger bubbles rise significantly faster than smaller ones, thus reflecting the effect of size of air bubbles on stability of AVS.

The behavior of air bubbles in homogeneous non-Newtonian suspending fluids has been widely studied in literature [43-50]. Lind and Philips [47] investigated the effect of viscoelasticity on the dynamics of rising gas bubbles in 2-D models. Zhang et al. [46], Premata et al. [49], and Pang and Lu [50] experimentally and numerically studied the motion of a single air bubble in shear thinning/thickening non-Newtonian fluids using Carreau rheological model. Sun et al. [48] experimentally investigated the effects of viscosity, density and surface tension of the fluids, as well as bubble diameters on the drag coefficient for a single bubble rising steadily in a static non-Newtonian fluid. It is worthy to mention that Volume of Fluid (VOF) method [51] is mostly employed to simulate the dynamics of air bubbles in suspending fluids [52-55].

Numerical simulation of the behavior of AVS in a non-Newtonian multiphase suspension presents a great challenge given the necessity of taking into account the complex interaction between the various solid particles, non-Newtonian fluid, and air bubbles in the system, while simultaneously solving the Navier-Stokes equations for the liquid phase in which they are immersed. Pan et al. [56] reported a comprehensive review of the various studies carried on computational fluid dynamics (CFD) simulations of gas-liquid-solid flows in fluidized bed

reactors. Sun and Sakai [57] carried out three-dimensional simulations using coupled discrete elements (DEM) and VOF methods to simulate the interactions of gas, solid, and liquid in rotating drum and cubic reservoir dam break. Xu et al. [58] and Liu and Luo [59] simulated rising of air bubbles in a gas-liquid-solid system using a combined model of CFD, VOF, and discrete particles method (DPM). The results showed that the presence of solid particles in gas-liquid system can, generally, lead to a larger diameter of gas bubbles. Also, this can slow down the rising velocity of gas bubbles than those in the pure gas-liquid flow.

Because of the opaque nature of cement-based suspensions, experimental monitoring of rising, displacement, and deformation of air bubbles during flow is impossible. Therefore, theoretical tools and numerical simulations can be employed to evaluate the coupled effect of different rheological properties of suspending fluid, presence of coarse aggregate, different shearing conditions, and various air-bubble with different diameters on stability and deformation of air bubbles in highly flowable cement-based materials. In this paper, a CFD software is employed to simulate the free surface flow of highly flowable cement-based suspensions in a coaxial cylinders tribometer under static and dynamic shear modes. The modelled highly flowable cement-based mixtures consist of three-phases of solid aggregate, homogeneous Bingham suspending fluid (cement paste matrix), and air bubbles. The Navier-Stokes and conservation of mass equations for incompressible materials are solved by VOF method [51]. In order to simulate the motion of tribometer's cylinder and suspended solid particles, a General Moving Object (GMO) technique [60] is employed. In total, 10 simulations are conducted to study the effect of plastic viscosity and surface tension of suspending fluid, as well as shearing conditions on stability and deformation of AVS. The paper discusses the obtained results of numerical simulations in terms of flow velocity, shear rate, and pressure magnitudes for a given period of flow time. Displacement, deformation, and orientation of the air bubbles having different diameters and initial distribution in both vertical and horizontal directions are also discussed.

#### **4.4 Modelled set-up**

In this study, the flow performance of highly flowable cement-based materials in a coaxial cylinders tribometer is simulated. The modelled domain consists of fixed inner and rotating

outer cylinders with 9 mm height and 10- and 30-mm radius, respectively. In order to evaluate the effect of static and dynamic shear modes on characteristics of AVS, the rotational velocity of the outer cylinder is fixed at 0 and 0.5 rps, respectively. A schematic of the modelled set-up is presented in Fig. 4.1.

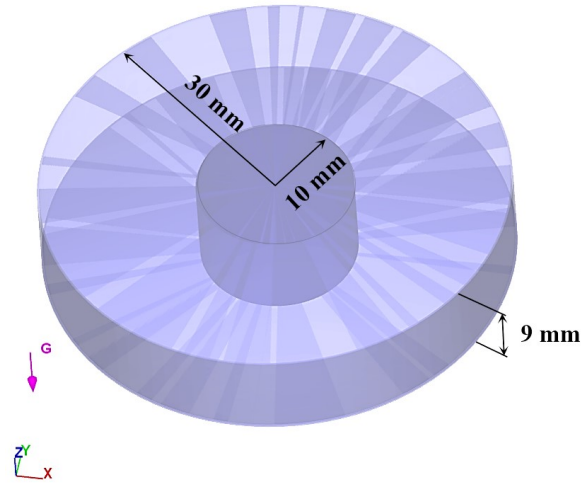


Figure 4. 1. Schematic of the modelled tribometer

## 4.5 Properties of the modelled materials

The flowable cement-based materials modelled in this study are simulated as a three-phase suspension corresponding to a Bingham suspending fluid (cement paste), solid particles (aggregate), and air bubbles. Suspending fluids with different rheological properties, which corresponds to the stable and homogeneous portion of the mixture, were considered to evaluate the effect of plastic viscosity and surface tension on stability of air bubbles under different shear modes. Accordingly, the investigated parameters of the CFD modeling include three plastic viscosity values of 5, 10, and 30 Pa.s, covering the viscosity ranges of mortar and SCC mixtures [61-63]. These also include three surface tension values of 5, 36, and 73 mN/m of the suspending fluid, where 73 mN/m represents the surface tension of water at 20°C [64], while 5 and 36 mN/m values correspond to small and medium surface tension, respectively. These values were employed to better appreciate the influence of viscosity variation caused by the presence of surfactant molecules. Furthermore, the density, yield stress, and shear elasticity modulus of the suspending fluid are fixed at 2400 kg/m<sup>3</sup>, 5 Pa, and 100 Pa, respectively. The suspension is filled

up to 7 mm height of the tribometer's gap. The characteristics of the suspending fluid and shear modes are presented in Table 4.1.

The modelled suspensions consist of 24 spherical solid particles, including 8 particles of 2.5, 4, and 5 mm diameters, corresponding to 3.8% mean volumetric particle content. This initial mean volumetric particle content is equal to the ratio of total volume of 24 spherical particles [i.e.,  $8 \times \pi/6 \times (2.5^3 + 4^3 + 5^3)$ ] to total volume of suspension matrix located between the inner and outer cylinders of tribometer set-up [i.e.,  $\pi \times (30^2 - 10^2) \times 7$ ]. Similarly to the suspending fluid, the density of aggregate is also fixed at 2400 kg/m<sup>3</sup> to avoid any gravitational-induced static segregation.

Table 4. 1. Characteristics of the suspending fluid and shear modes

Model title	Shear modes	Surface tension (mN/m)	Plastic viscosity (Pa.s)
S-ST36-V5	Static mode (0 rps)	36	5
S-ST36-V10			10
S-ST36-V30			30
S-ST5-V5		5	5
S-ST73-V5	Dynamic mode (0.5 rps)	73	
D-ST36-V5		36	5
D-ST36-V10			10
D-ST36-V30			30
D-ST5-V5		5	5
D-ST73-V5		73	

The gas phase consists of 1080 and 130 spherical air bubbles of 1- and 2-mm diameters that are uniformly distributed in 3 and 2 layers in the suspension, respectively. These correspond to almost an initial volumetric air content of 7.0%. The pressure-volume-temperature relationship for the modelled air bubbles is assumed to follow an adiabatic law [60, 65, 66]. In this case, the pressure in each air bubble is a power function of initial and actual volumes, with the specific heat  $\gamma = 1.4$  as the power index ( $\gamma = 1.4$  for air) [60, 67-70].

## 4.6 Numerical simulations and boundary conditions

A CFD software (FLOW3D) was employed to simulate free surface flow of the investigated suspensions in the modeled domain, i.e. tribometer set-up. The basic conservation equations of mass for incompressible materials and the Navier-Stokes equations are solved by VOF method



[51]. In total, 10 simulations were conducted for a flow period of 0.06 s. In order to reduce the calculation time, given the symmetry of geometry of set-up and uniform distribution of solid particles and air bubbles, only a  $50^\circ$  fraction of total  $360^\circ$  of the tribometer is simulated. Accordingly, the selected fraction consists of one particle of each 2.5, 4, and 5 mm diameter, as well as 150 and 18 air bubbles of 1- and 2-mm diameters, respectively. In order to discretize the geometry, solid elements and suspension, one cylindrical mesh block of 295,200 cells with 0.25 mm,  $0.5^\circ$ , and 0.25 mm size in  $r$ ,  $\theta$ , and  $z$  directions were created. Horizontal and 3-dimensional illustration of the selected fraction and discretizing meshes are presented in Fig. 4.2.

In order to evaluate the effect of presence of solid particles and air bubbles, as well as different shear magnitudes, the flow performance of the modelled suspensions are evaluated in different zones (Table 4.2). These consist of four multiphase zones ( $Z_1$ - $Z_4$ ) and four single fluid zones ( $Z_{1-1}$  to  $Z_{4-1}$ ). The shearing zones of  $Z_1$  to  $Z_4$  correspond to an angle  $\theta$  between  $5^\circ$  and  $37^\circ$  and different radius ( $r$ ) ranges which include three phases of solid particles, suspending fluid, and air bubbles. On the other hand, the single fluid zones of  $Z_{1-1}$  to  $Z_{4-1}$  correspond to the same  $r$  ranges of  $Z_1$  to  $Z_4$ , and an angle  $\theta$  between  $40^\circ$  and  $48^\circ$ . These zones consist of only the suspending fluid (i.e., no solid particles and air bubbles).

The Dirichlet-Neumann boundary conditions [71-74] were imposed to the free surface and solid domains based on the geometry of tribometer set-up. As indicated in Fig. 4.2, the rotational velocity (passing from the center axis of the inner cylinder and around the  $Z$  axis) of the outer and inner cylinders, as well as the base plate were set to 0.5, 0, and 0 rps, respectively. On the other hand, in order to ensure a continuous flow through the modelled fraction, the inflow and outflow flowrates at  $\theta_{\min} = 0^\circ$  and  $\theta_{\max} = 50^\circ$  boundaries, respectively, are fixed to be equal during the flow period [75]. A schematic of the initial arrangement of the modelled fraction, solid particles, air bubbles, shearing zones, and discretizing meshes are presented in Fig. 4.3.

Table 4. 2. Identification of the modeled areas

Radius ranges (mm)	Multiphase shearing zones $5^\circ \leq \theta \leq 37^\circ$	Single fluid shearing zones $40^\circ \leq \theta \leq 48^\circ$
$11.125 \leq r \leq 15.625$	$Z_1$	$Z_{1-1}$
$16.125 \leq r \leq 21.625$	$Z_2$	$Z_{2-1}$
$22.125 \leq r \leq 27.350$	$Z_3$	$Z_{3-1}$
$27.350 \leq r \leq 29.875$	$Z_4$	$Z_{4-1}$

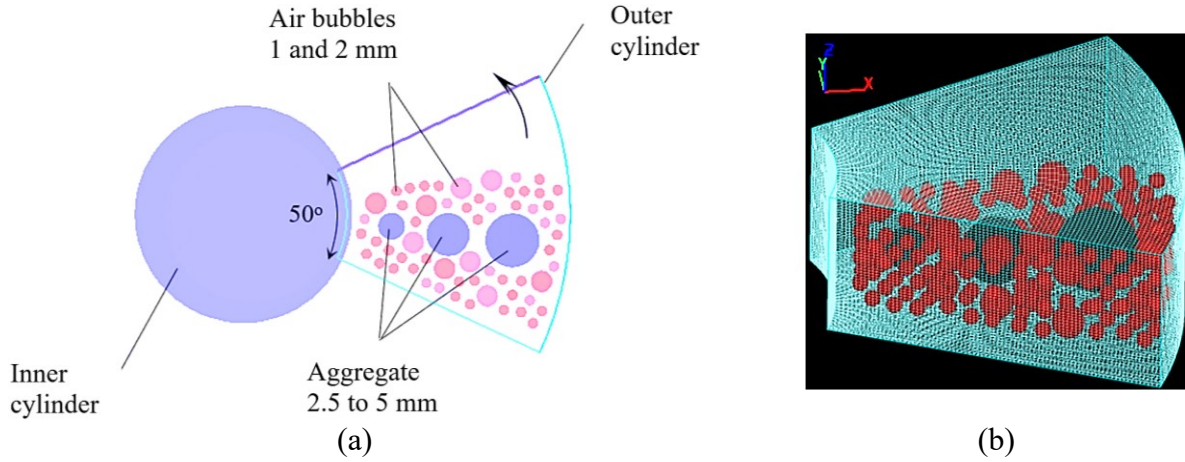


Figure 4. 2. (a) Horizontal (2D) and (b) 3D illustration of the simulated fraction of tribometer set-up, solid particles, air bubbles, and discretizing meshes

The friction boundary conditions were assumed between particles, fluid, and the walls of the set-up. A friction coefficient value of 0.4 was considered [71-74, 76]. The modelled fluids are considered as non-Newtonian Bingham fluids using an elasto-viscoplastic model with implicit numerical approximation. Gravity forces are calculated using gravitational acceleration value of  $9.81 \text{ m/s}^2$ . The modelled flow is assumed as laminar flow type [71-74, 77].

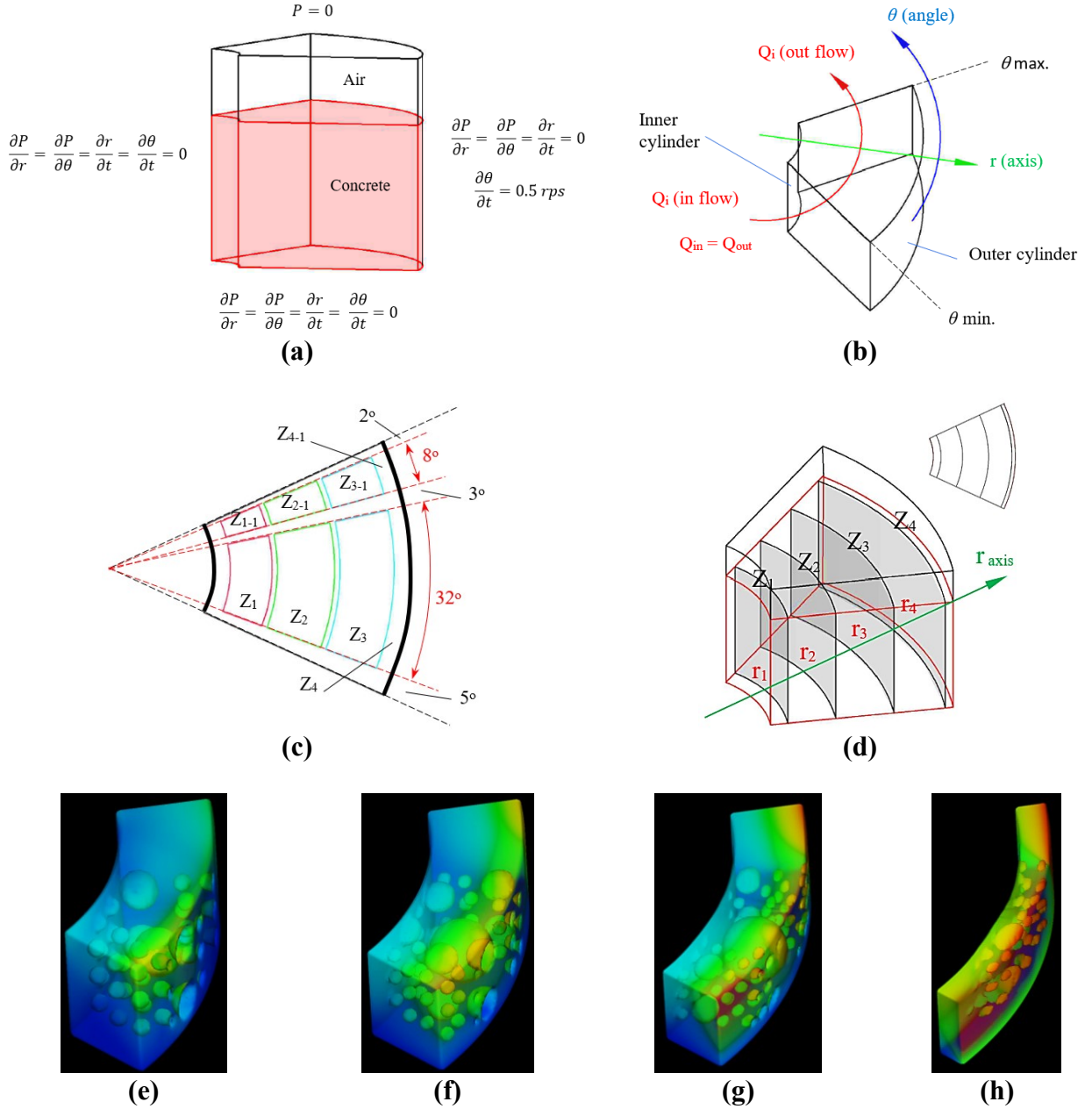


Figure 4. 3. Boundary conditions and shearing zones: (a) Dirichlet-Neumann boundary conditions, (b) in flow and out flow boundary condition, (c) horizontal (r-θ) position of the selected shearing zones, (d) 3D position of the selected shear zones, sample of simulation suspension in (e)  $Z_1$  and  $Z_{1-1}$ , (f)  $Z_2$  and  $Z_{2-1}$ , (g)  $Z_3$  and  $Z_{3-1}$ , and (h)  $Z_4$  and  $Z_{4-1}$  shearing zones

In order to simulate the motion of dynamic boundaries (e.g., outer cylinder) and suspended particles, a General Moving Object (GMO) technique was employed. A GMO consists in a rigid body subjected to physical motion, which is either dynamically coupled with fluid flow or prescribed. The GMO model allows to have multiple moving objects in one problem, and each

moving object can have different independently defined types of motion. GMO components undergo a mixed motion, including coupled translational and/or rotational velocities. Furthermore, a body-fixed reference system (body system) defined for each moving object and the space reference system (space system) is employed. At each time step, the hydraulic force and torque due to pressure, gravitational, and shear stresses are calculated, and equations of motion are solved for the moving objects under the coupled motion due to these forces. The area and volume fractions are recalculated at each time step based on updated object locations and orientations. Source terms are added in the continuity and the VOF transport equations are solved, to account for the effect of moving objects to displace the fluid. The tangential velocity of the moving boundaries is introduced into shear stress terms in the momentum equations. An implicit numerical method is employed to calculate in an iterative manner, coupling air bubbles and fluid flow as well as GMO motion at each time steps using the force and velocity data from previous step [60, 71-74].

The GMO model was employed to incorporate and allow rigid collision between spherical particles. The collisions are assumed to be instantaneous and are allowed to occur between moving rigid bodies (i.e., spherical particles), and between rigid bodies and wall boundaries of the computational domain. At each time step, once a collision is detected, a set of impact equations are integrated. In this study, the normal coefficient of restitution between particle-particle and particle-wall boundaries of the apparatus are assumed to be 0.6. This value was obtained based on experimental measurements carried out using 20 mm diameter spherical glass beads (having approximately the same density than the modelled coarse aggregate) on different surfaces, such as steel (similar to that one used for the tribometer set-up). These measurements were carried out at the Université de Sherbrooke using high speed camera. This assumption was successfully used in previous studies [71-73] to simulate the aggregate interactions in SCC mixtures.

It is worthy to mention that numerical simulations were carried out on an i7-8750H CPU 4.10 GHz processor, which required a total running time between 22 and 168 hours by each simulation. The running times depend mostly on the plastic viscosity of the suspending fluid. Indeed, the flow simulation of higher viscous suspensions took longer calculation time than less

viscous ones. The potential uncertainties of such simulations can be raised from modeling errors, which can be due to differences between the actual flow and the physical mathematical models that are employed. These can be raised also from the assumptions for materials properties, including rheological parameters of the liquid phase, the morphology of solid particles (shape, size, and surface properties), and solid-liquid, solid-solid, solid-gas, and the liquid-gas interaction parameters (e.g., coefficients of friction and restitution). These uncertainties can also include the discretization and convergence errors. Discretization errors represent the differences between the exact solution of the mathematical model and the solution of discretized equations implemented in the code. On the other hand, convergence errors correspond to the differences between the exact and iterative solutions of discretized equations. As the mesh blocks are refined, the solution should become less sensitive to the grid spacing and approaches the continuum solution. It is worthy to note that considering finer sizes of air bubbles can result in more accurate results. Furthermore, considering different grading, surface textures, and shapes of aggregate can result in much more realistic prediction and reconstruction of potential interactions. This will, however, necessitate a great number of finer mesh cells, which results in longer calculation time.

## 4.7 Results and discussion

The results of the numerical simulations are presented in different categories, as follow:

1. The effect of rheological properties and surface tension of the suspending fluid on flow performance of the modeled suspensions: this includes flow velocity, shear rate, and pressure magnitudes.
2. The effect of presence of air bubbles and solid particles on the flow performance of simulated suspensions at  $Z_1$  to  $Z_4$  zones, comparing to those obtained at their corresponding zones  $Z_{1-1}$  to  $Z_{4-1}$  with no air bubbles and solid particles.
3. The effect of rheological properties and surface tension of the suspending fluid on stability characteristics of the air bubbles. These include displacement, deformation, and orientation angle of air bubbles in both vertical and horizontal directions, which correspond to parallel and perpendicular sections to flow direction, respectively.

4. The effect of static and dynamic shear modes, as well as distance from the rotating cylinder (i.e., the zones  $Z_1$  to  $Z_4$  and  $Z_{1-1}$  to  $Z_{4-1}$ ) on the flow performance of modeled suspensions and stability of air bubbles.
5. The effect of air bubble characteristics, including diameter and vertical position (i.e., initially located in the top or bottom layers of suspension) on the stability of air bubbles.

#### **4.7.1 Flow performance of 3-phases of modelled suspensions under static and dynamic shear modes**

##### **4.7.1.1 Effect of plastic viscosity of the suspending fluid on flow performance of the investigated suspensions**

In this section, the flow performance of the suspensions consist to suspending fluids with three different plastic viscosities of 5, 10 and 30 Pa.s and given surface value of 36 mN/m, under static and dynamic shear modes are investigated. The flow performance characteristics are evaluated in terms of the maximum flow velocity, shear rate, and pressure magnitudes obtained at different distances from the outer cylinder (i.e., zones  $Z_1$  to  $Z_4$ ). These characteristics were measured at each 0.01-s time step for a given flow period of 0 to 0.06 s and presented in Figs. 4.4 to 4.6, respectively. As can be observed, the shear mode can significantly affect the flow velocity, shear rate, and pressure magnitudes of suspension. For example, for a given suspending fluid with a plastic viscosity of 5 Pa.s, an increase of rotational velocity of the outer cylinder from 0 (i.e., static mode) to 0.5 rps (i.e., dynamic mode) can increase the maximum flow velocity (V), shear rate (SR), and pressure (P) values at  $t = 0.01$  s flow time in zone  $Z_4$  from 0 to 0.096 m/s, 6.1 to 227.1  $s^{-1}$ , and 134 to 9,244 Pa, respectively. In the static mode, as expected, the flow velocity values equal zero in all the zones  $Z_1$  to  $Z_4$ , while due to the wall effect, the highest shear rate and pressure magnitudes are obtained in the  $Z_1$  and  $Z_4$ , which are the zones in contact with the inner and outer cylinder, respectively.

On the other hand, under dynamic mode, the flow velocity, shear rate, and pressure magnitudes decrease with the distance from the outer rotating cylinder (i.e.,  $Z_4$  to  $Z_1$ ). Accordingly, the minimum and maximum velocity, shear rate, and pressure values are obtained at zones  $Z_1$  and

$Z_4$ , respectively. For example, for a given suspending fluid with a plastic viscosity of 5 Pa.s and a flow time of 0.01 s, increasing the distance from the outer cylinder (i.e., from  $Z_4$  to  $Z_1$ ) can decrease the flow velocity, shear rate, and pressure values from 0.096 to 0.005 m/s, 227.1 to 7.5  $s^{-1}$ , and 9,244 to 100 Pa, respectively.

As can be observed in Figs. 4.5 and 4.6, the plastic viscosity of suspending fluid shows significant effect on shear rate and pressure magnitudes of suspension under both static and dynamic shear modes. For example, in  $Z_4$  region at a given flow time of 0.01 s with surface tension of suspending fluid of 36 mN/m, increasing the plastic viscosity of suspending fluid from 5 to 30 Pa.s can decrease the shear rate from 6.1 to 2.5  $s^{-1}$  and increase the pressure magnitudes from 9,244 to 44,188 Pa.

However, the flow velocity and shear rate values of the suspensions proportioned with suspending fluids having different plastic viscosity values of 5 to 30 Pa.s and subject to dynamic shear mode are found to be comparable and more controlled by the shear mode (i.e., a given rotational velocity of the outer cylinder of 0.5 rps) compared to the rheological properties of the suspending fluid. For example, in the  $Z_4$  region, although the mixtures have different viscosity values (5-30 Pa.s), the maximum flow velocity and shear rate values are between 0.103 and 0.105 m/s, and 269.3 and 309.1  $s^{-1}$ , respectively. In this case, the dynamic shear tends to dominate the other properties.

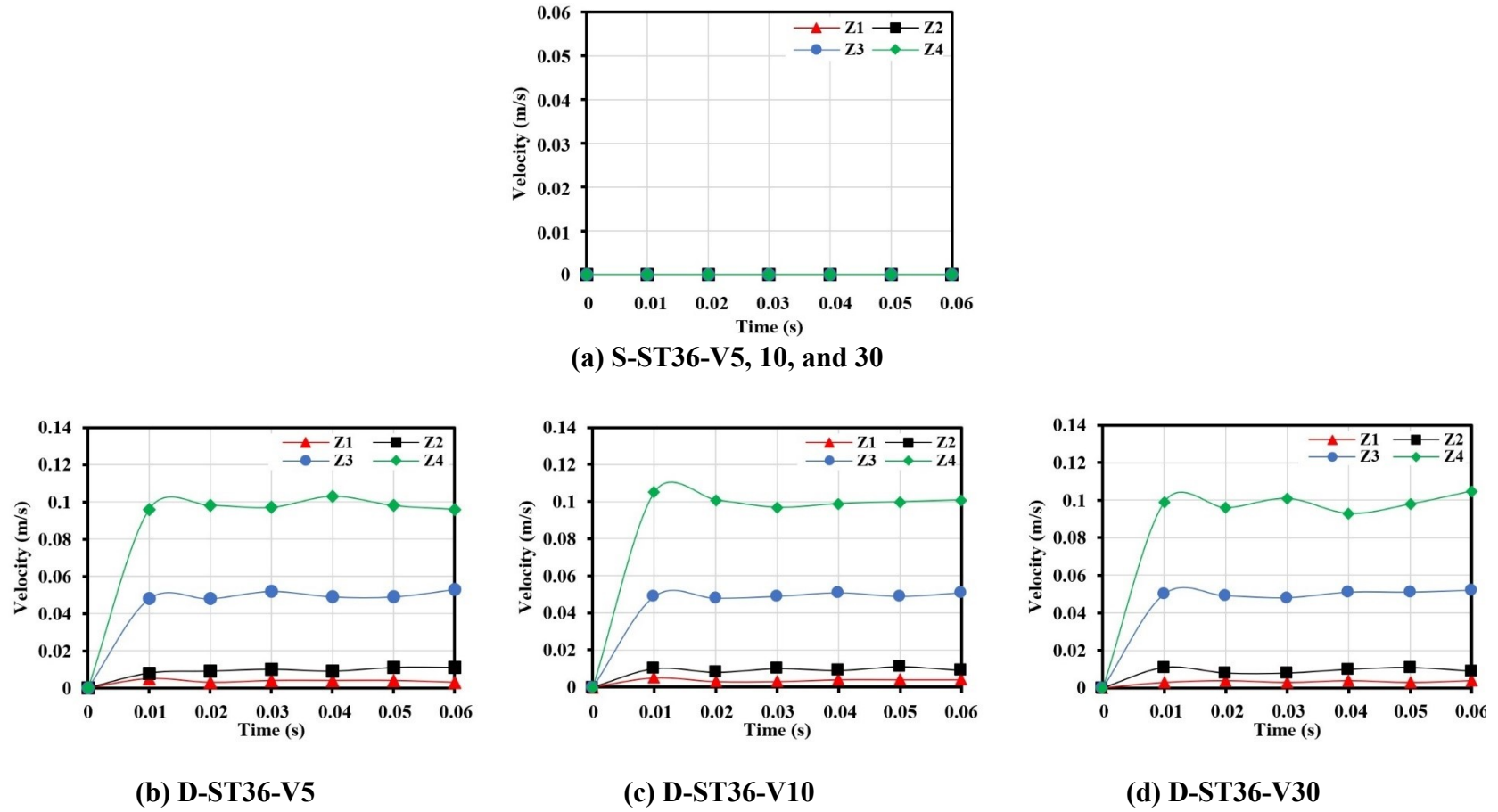


Figure 4. 4. Flow velocity magnitudes in different shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$ . Surface tension of 36 mN/m. (a) static shear mode and different plastic viscosity values of 5, 10, and 30 Pa.s, and under dynamic shear mode for plastic viscosity values of (b) 5, (c) 10, and (d) 30 Pa.s



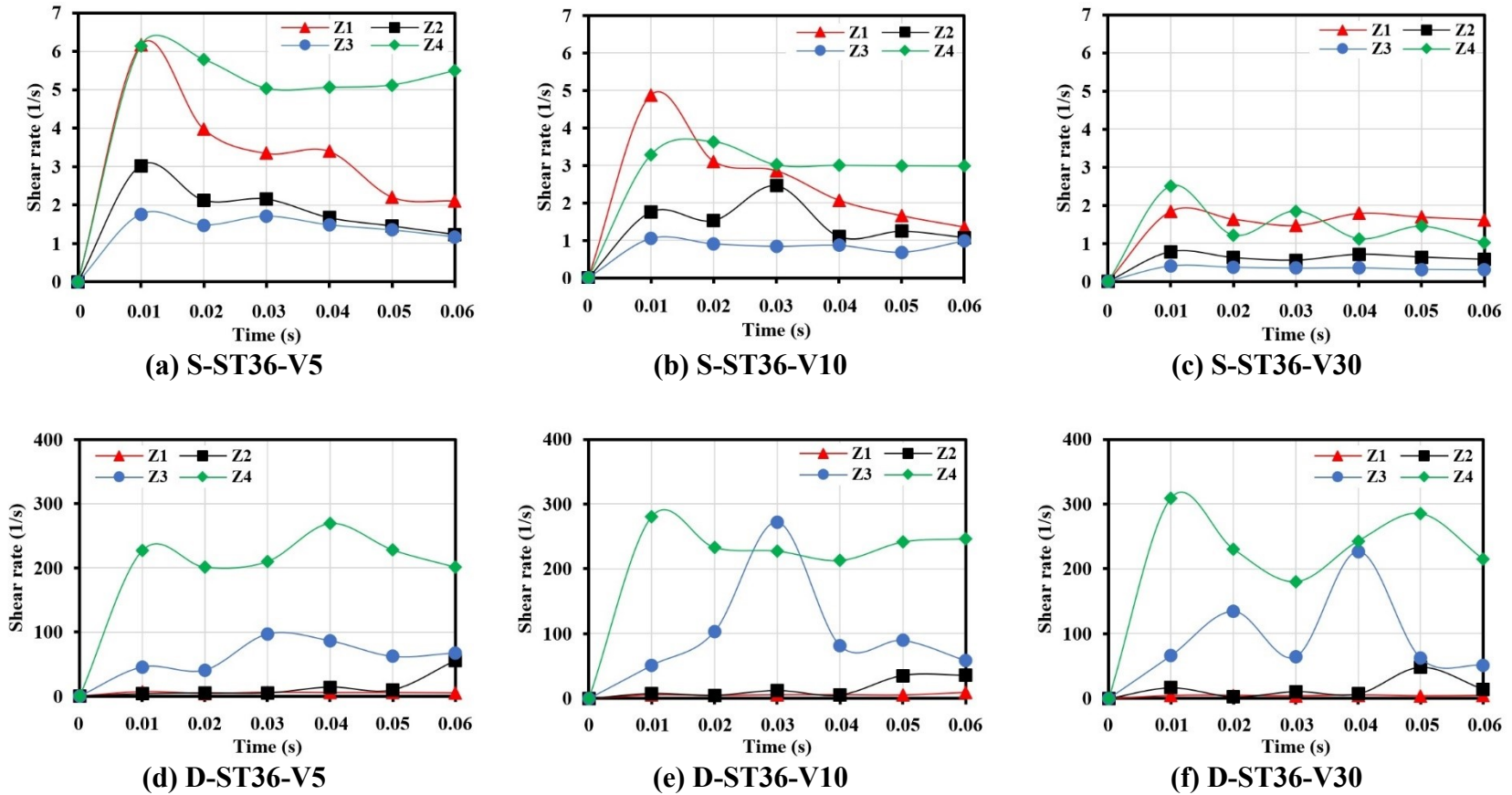


Figure 4. 5. Flow shear rate magnitudes in different shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$ . Surface tension 36 mN/m, static shear mode and different plastic viscosity values of (a) 5, (b) 10, and (c) 30 Pa.s , and dynamic shear mode and plastic viscosity of (d) 5, (e) 10, and (f) 30 Pa.s

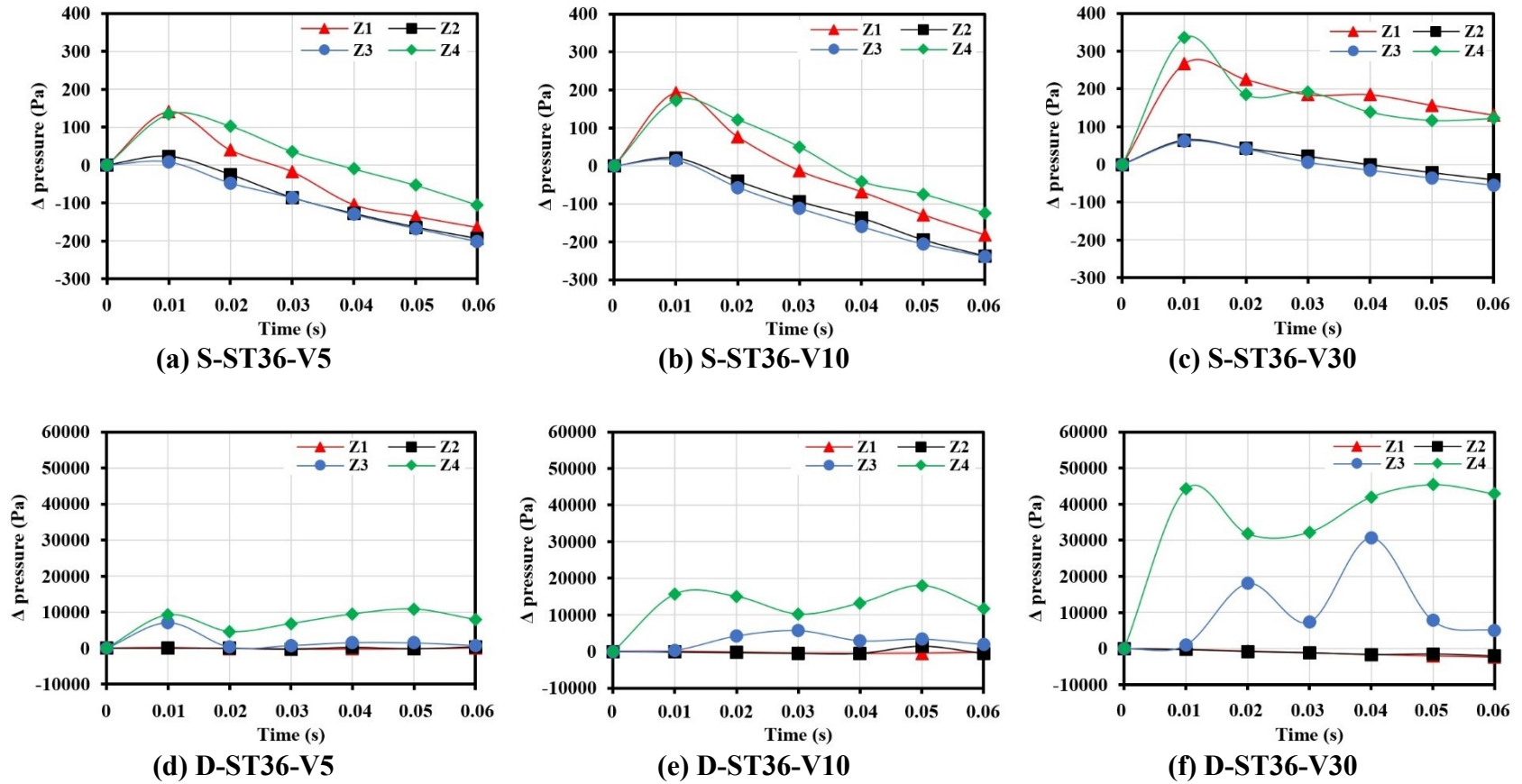


Figure 4. 6. Flow pressure magnitudes in different shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$ . Surface tension 36 mN/m, static shear mode, and different plastic viscosity values of (a) 5, (b) 10, and (c) 30 Pa.s , dynamic shear mode and plastic viscosity of (d) 5, (e) 10, and (f) 30 Pa.s

#### **4.7.1.2 Effect of surface tension of the suspending fluid on flow performance of the investigated suspensions**

The flow performance of suspensions proportioned with suspending fluids having three different surface tension values of 5, 36, and 73 mN/m and a given plastic viscosity of 5 Pa.s are evaluated under static and dynamic shear modes and different shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$ . The obtained numerical results are presented in Figs. 4.7 to 4.9. As can be observed in Figs. 4.8a-c and 4.9a-c, increasing the surface tension of suspending fluid can result in higher shear rate and pressure under the static mode. For example, after a given flow time of 0.01 s, increasing the surface tension of suspending fluid from 5 to 73 mN/m increases the shear rate and pressure values at zone  $Z_4$  from 5.5 to 9.5  $s^{-1}$  and 85 to 269 Pa, respectively.

However, under the dynamic mode, the flow performance of suspensions are found to be independent of the surface tension variations, but more influenced by the rotational velocity (shear mode). Accordingly, for a given plastic viscosity of the suspending fluid of 5 Pa.s and rotational velocity of 0.5 rps, comparable flow velocity, shear rate, and pressure magnitudes are obtained for the suspensions with different suspending fluids having surface tension values between 5 and 73 mN/m.

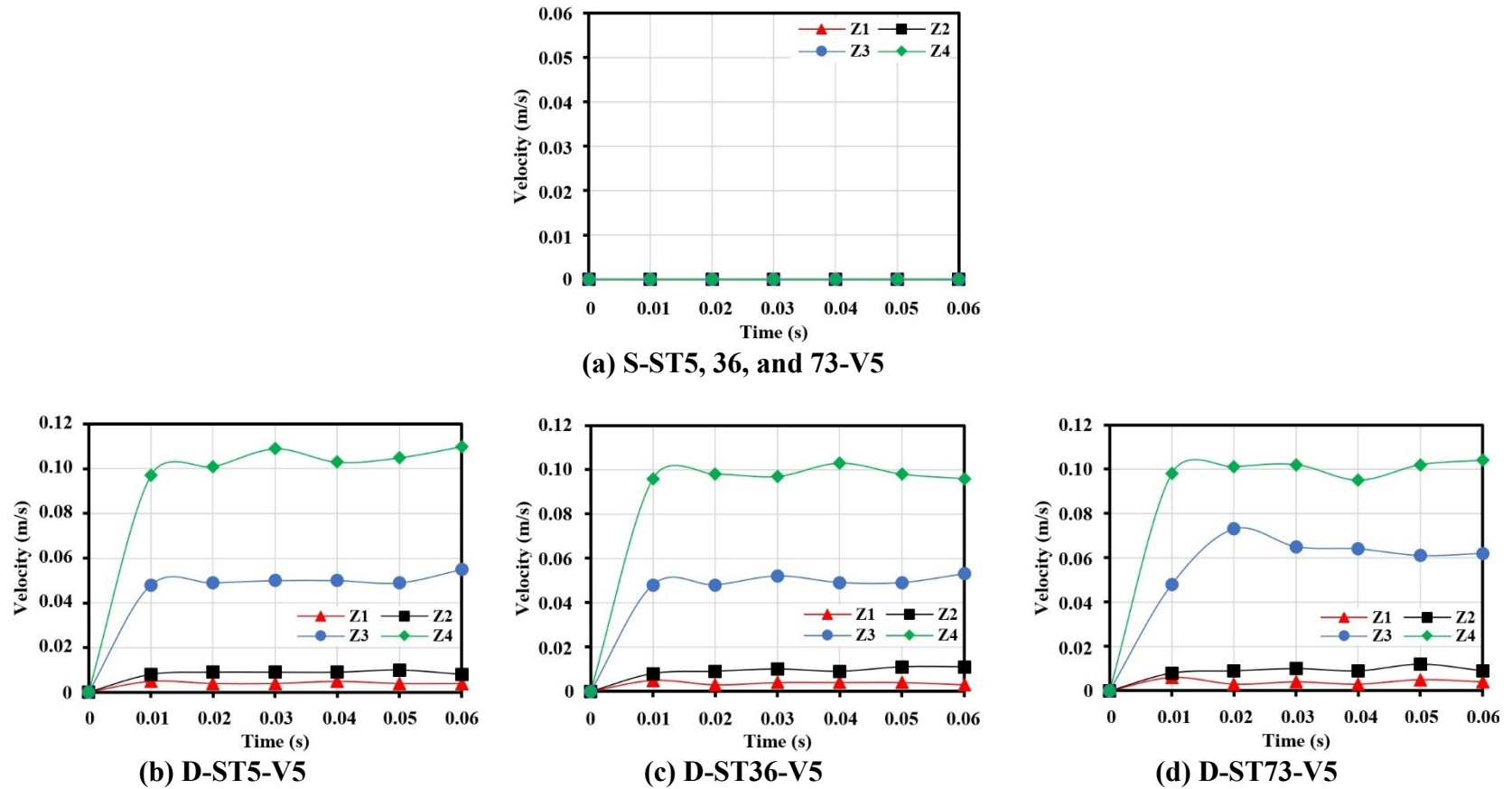


Figure 4. 7. Flow velocity magnitudes in different shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$ . Plastic viscosity of 5 Pa.s. (a) static shear mode and different surface tension values of 5, 36 and 73 mN/m, and dynamic shear mode for surface tension values of (b) 5, (c) 36, and (d) 73 mN/m

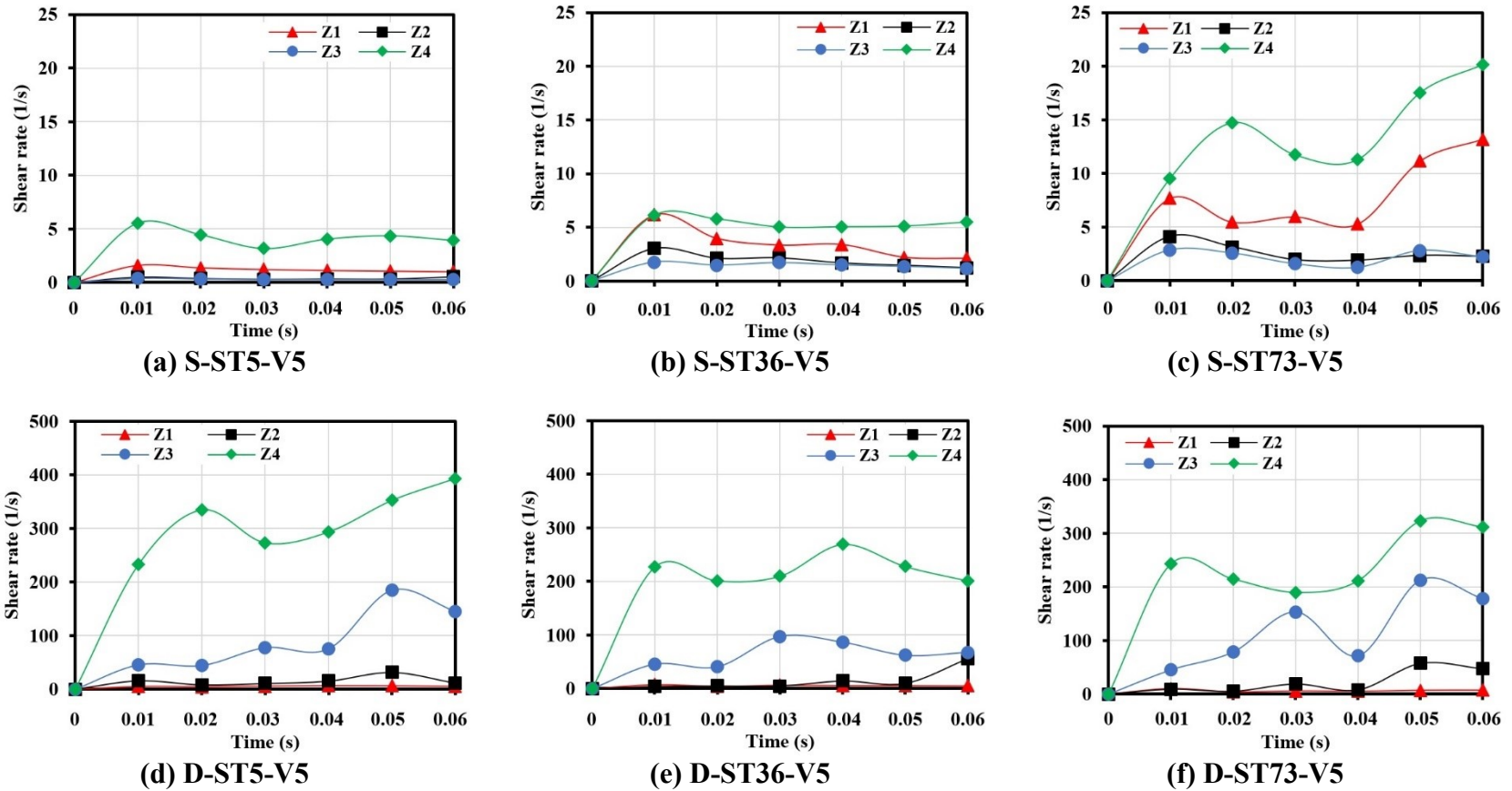


Figure 4. 8. Flow shear rate magnitudes in different shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$ . Plastic viscosity of 5 Pa.s, static shear mode and different surface tension values (a) 5, (b) 36, and (c) 73 mN/m , and dynamic shear mode and surface tension values of (d) 5, (e) 36, and (f) 73 mN/m

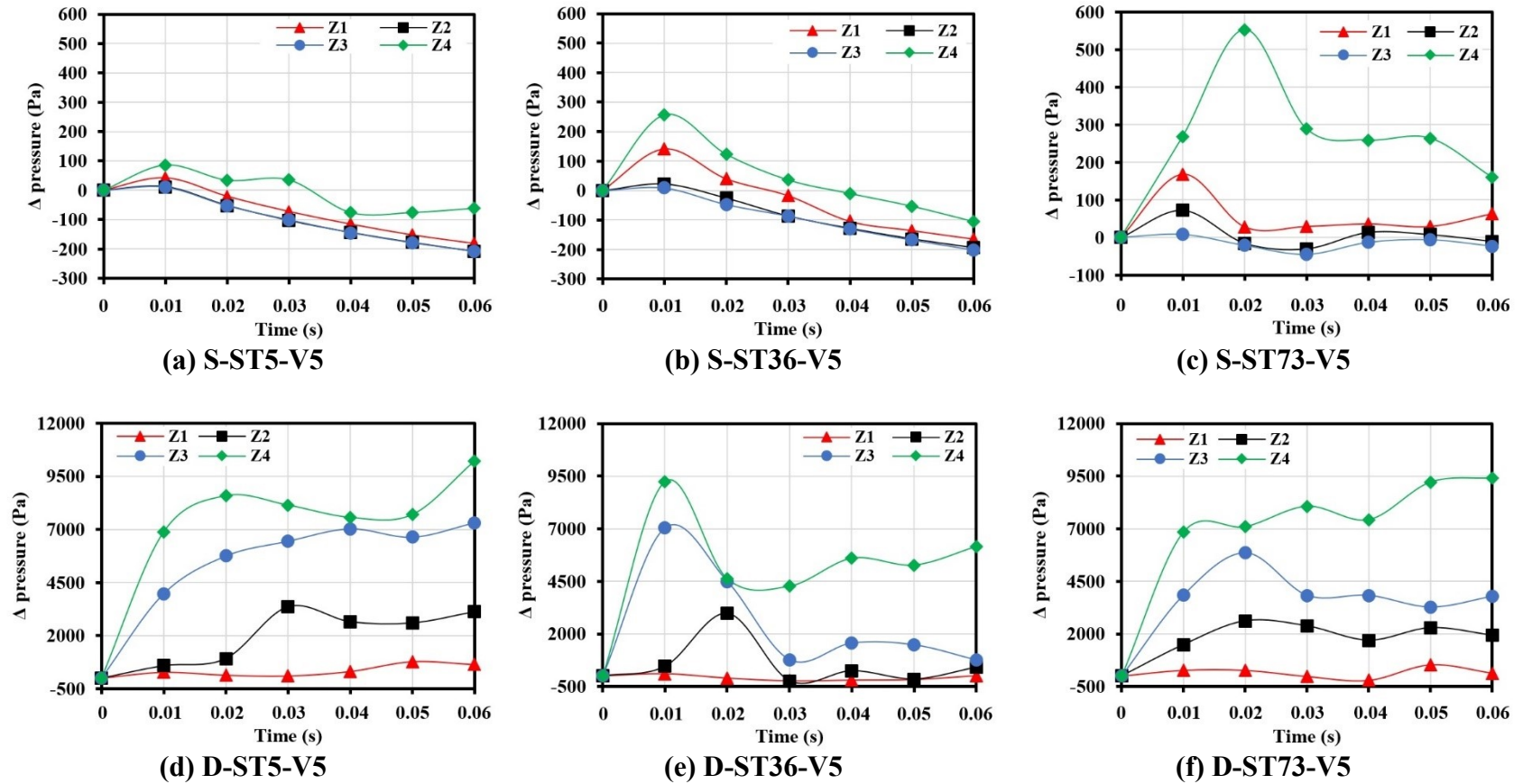


Figure 4. 9. Flow pressure magnitudes in different shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$ . Plastic viscosity of 5 Pa.s, static shear mode and different surface tension values (a) 5, (b) 36, and (c) 73 mN/m, and dynamic shear mode and surface tension values of (d) 5, (e) 36, and (f) 73 mN/m

#### 4.7.1.3 Effect of interaction between suspending fluid, solid particles, and air bubbles on flow performance of the investigated suspensions

In this section, the effect of coupled presence of three different solid-liquid-gas phases on flow performance characteristics of suspension is evaluated. The flow velocity, shear rate, and pressure magnitudes obtained at different 0.01 s time steps and shear modes at zones of  $Z_1$ - $Z_4$  are compared to those obtained at their corresponding single fluid zones of  $Z_{1-1}$ - $Z_{4-1}$ .

As can be observed in Figs. 4.10 and 4.11, the presence of solid particles and air bubbles can increase the flow velocity, shear rate, and pressure magnitudes under both static and dynamic shear modes. However, more significant influence on pressure and shear rate magnitudes is observed under dynamic shear mode (Figs. 4.11a and b). This can be due to the effect of solid-liquid and liquid-gas interactions, such as friction, drag, and buoyancy on shear rate and pressure magnitudes at the interacting interfaces. On the other hand, the flow velocity is less affected than shear rate and pressure responses (Fig. 4.11c). This can be explained by the fact that flow velocity is more dominated by the rotational velocity and distances from the rotating cylinder, instead of the presence of different phases.

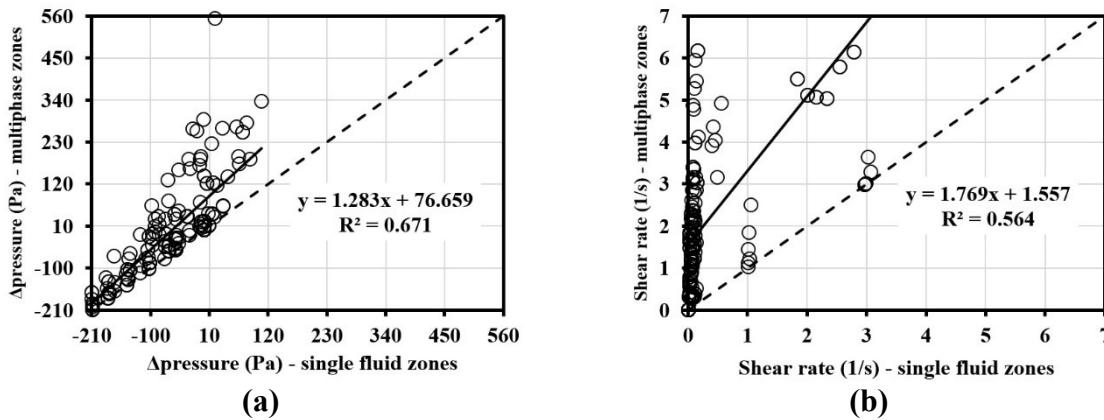


Figure 4. 10. Flow performance characteristics of the investigated suspensions under static shear mode in multiphases shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$  versus those obtained at single fluid zones of  $Z_{1-1}$ - $Z_{4-1}$ : (a) flow pressure, and (b) shear rate magnitudes

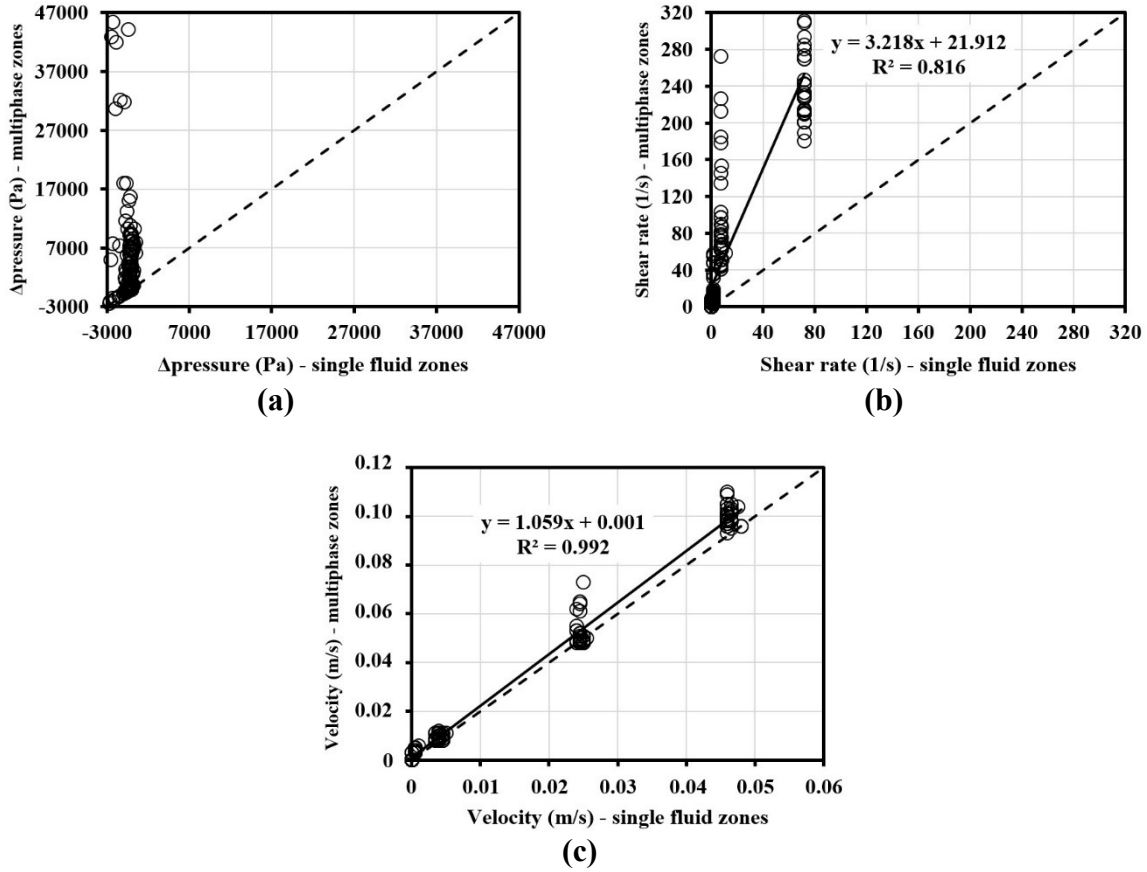


Figure 4. 11. Flow performance characteristics of the investigated suspensions under dynamic shear mode in multiphase shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$  versus those obtained at single fluid zones of  $Z_{1-1}$ - $Z_{4-1}$ : (a) flow pressure, (b) shear rate, and (c) velocity magnitudes

#### 4.7.2 Stability of the air-void system under static and dynamic shear modes

The stability characteristics of air-void systems (AVS) of the investigated suspensions are evaluated under both static and dynamic shear modes and different shearing zones ( $Z_1$ - $Z_4$ ). These characteristics are determined in terms of 3D displacements, elongation, and orientation of the air bubbles after a given elapsed flow time of 0.06 s. The effect of plastic viscosity and surface tension of the suspending fluid, shear modes, and characteristics of the air bubbles is also evaluated. The characteristics of air bubble include diameter, initial horizontal location (i.e.,  $Z_1$ ,  $Z_2$ ,  $Z_3$ , or  $Z_4$ ), and vertical position (i.e., bottom or top layer of the suspension).



#### 4.7.2.1 Evaluation of AVS stability using image analysis

In order to evaluate the stability of AVS, the positions, elongations, and orientation angles of the air bubbles after 0.06 s of flow time are compared to the initial ones at  $t = 0$  s. The changes are measured in two different section planes of  $R - \theta$  and  $R \times \theta - Z$ , which are the planes parallel and perpendicular to the flow direction, respectively. In order to simplify the notations, the  $R - \theta$  and  $R \times \theta - Z$  planes are referred to XY and YZ, respectively.

In the horizontal plane, which is parallel to the flow direction, the variations in characteristics of four selected air bubbles of 2- and 1-mm diameters located in different shear zones  $Z_1$ - $Z_4$  and a selected XY cross section plane at  $Z = 5.375$  mm are studied for a given period of  $t = 0$  to 0.06 s. The investigated characteristics include horizontal displacement, final elongation, and orientation angles of the air bubbles in XY plane.

On the other hand, for the vertical plane which is perpendicular to the flow direction, rising displacement and changes in elongation and orientation, as well as the vertical rising velocity ( $V_z$ ) of two different air bubbles of 2- and 1-mm diameters located at the bottom and top layer of the suspension in two selected YZ cross section planes are evaluated for the flow period of 0 to 0.06 s. These section planes are crossed at  $r = 11.87$  and 28.37 mm (i.e., zones  $Z_1$  and  $Z_4$ , respectively). Schematics and positions of the selected horizontal and vertical planes, as well as their cartesian versus cylindrical coordinates are presented in Fig. 4.12.

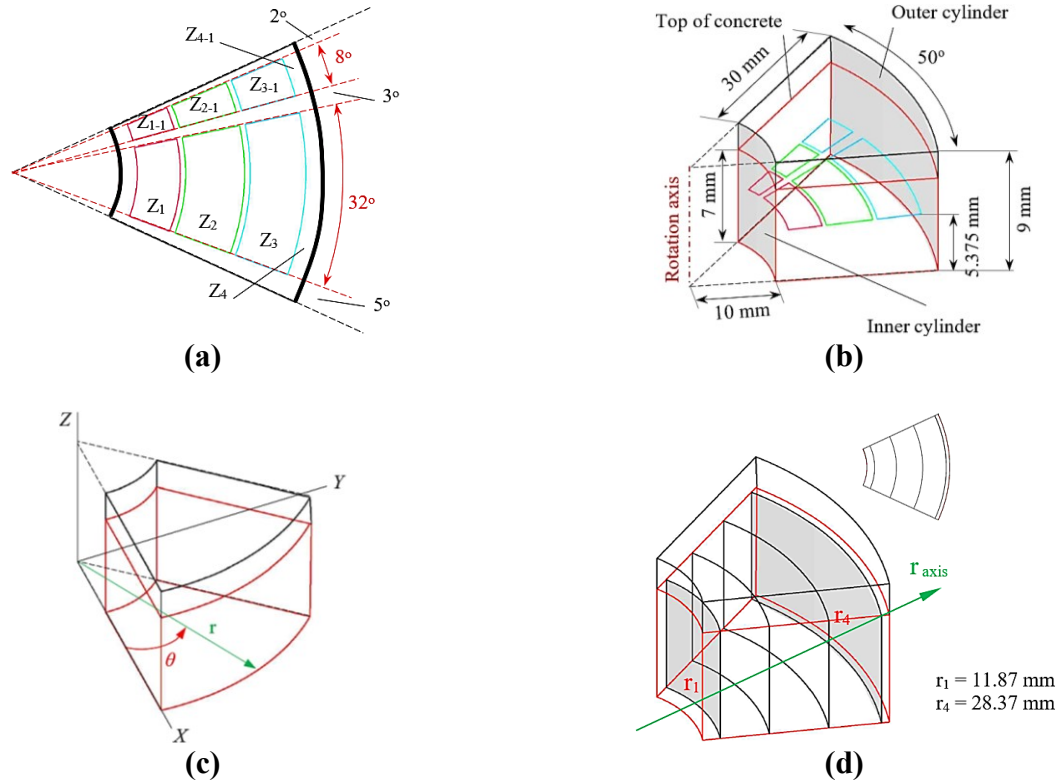


Figure 4. 12. (a) Horizontal ( $r$ - $\theta$ ) position of the selected shearing zones, (b) 3D position of the selected horizontal plane, (c) cartesian versus cylindrical coordinates, and (d) schematics of the selected vertical planes at boundaries of the shearing zones

Two different snapshots images are captured from the post processing simulation results at  $t = 0$  and  $0.06$  s for different selected horizontal ( $XY$ ) and vertical ( $YZ$ ) planes. The snapshots are then turned to binary (black and white) images to be processed. An image analysis software ImageJ and Shape Filter plugin [78] are then employed to evaluate the coordinates ( $XY$  and  $YZ$ ) and form of the selected air bubbles in each snapshot. Two examples of the selected snapshots of  $XY$  and  $YZ$  planes, their corresponding binary images, as well as the selected air bubbles at  $t = 0$  and  $0.06$  s for simulation D-ST36-V30 are presented in Fig. 4.13. It is worthy to mention that the selected air bubbles are colored in red for better clarity as shown in Figs. 4.13c, d, g, and h.

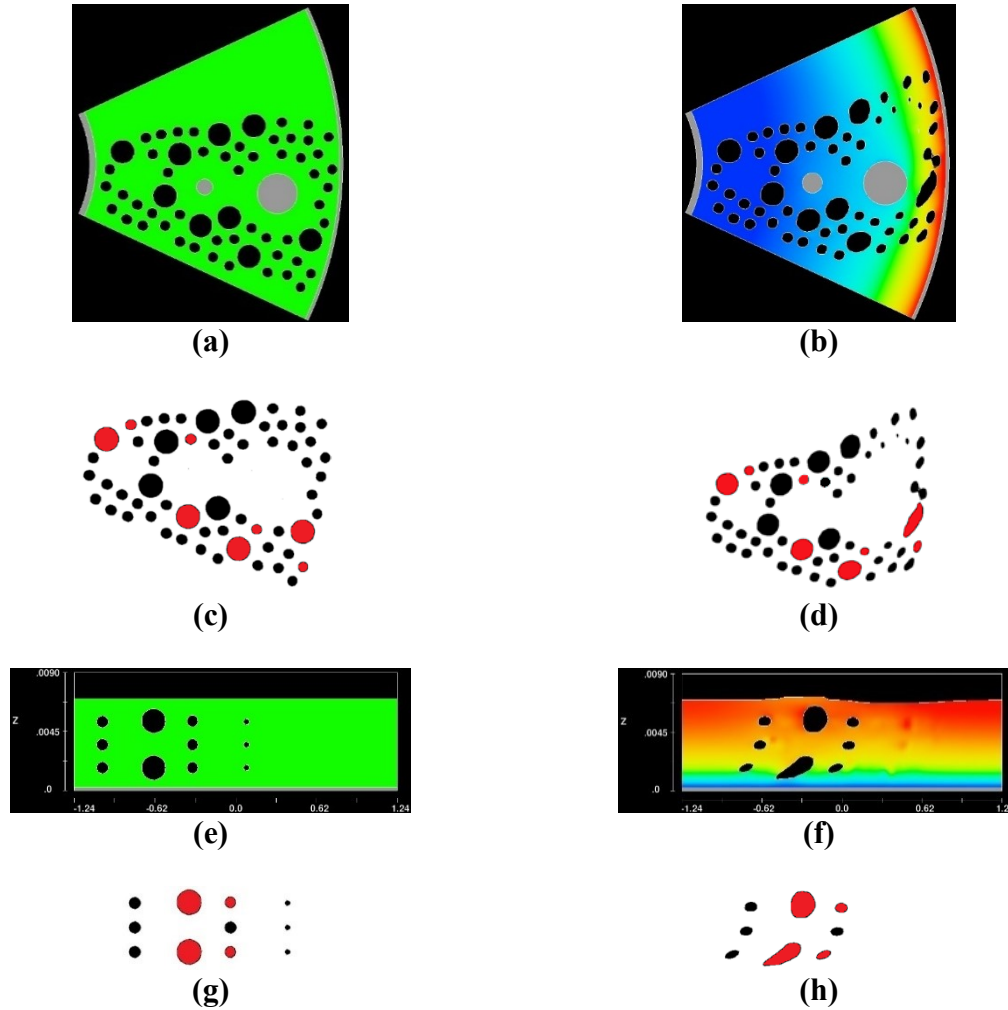


Figure 4. 13. Postprocessing snapshot of the selected horizontal plane (XY plane at  $Z = 5.375$  mm), taken at (a)  $t = 0$  and (b)  $t = 0.06$  s and binary images of the postprocessing snapshot of the selected horizontal plane at (c)  $t = 0$  and (d)  $t = 0.06$  s. Postprocessing snapshot of the selected vertical plane at  $Z_4$  (YZ plane at  $r = 28.37$  mm), taken at (e)  $t = 0$  and (f)  $t = 0.06$  s and binary images of the postprocessing snapshot of the selected vertical plane at (g)  $t = 0$  and (h)  $t = 0.06$  s (Investigated air bubbles are in red (simulation D-ST36-V30))

As presented in Fig. 4.14, the initial  $(x_i, y_i, z_i)$  and final  $(x_f, y_f, z_f)$  positions of the centroid of air bubbles are determined to calculate the displacements in different planes, as follow:

$$\text{XY displacement} = \sqrt{(x_f - x_i)^2 + (y_f - y_i)^2} \quad (8.1)$$

$$\text{Z displacement} = z_i - z_f \quad (8.2)$$

The final and initial shapes of the air bubbles are compared. The final elliptical form of each air bubble is characterised by the minor and major diameters  $d_{\min}$  and  $d_{\max}$ , respectively, which are

the short and long sides of the corresponding bounding rectangle of the investigated air bubble, respectively. The elongation of each air bubble is then calculated as follows:

$$\text{Elongation} = 1 - \frac{d_{\min}}{d_{\max}} \quad (8.3)$$

*Circular shape: elongation is equal to 0 ( $d_{\min} = d_{\max}$ )*

*Elliptical shape: elongation is included between 0 and 1 ( $d_{\max} > d_{\min}$ )*

*Linear shape: elongation is equal to 1 ( $d_{\max} \gg d_{\min}$ )*

The orientation angle of each air bubble is also defined as the angle ( $\alpha$  in degree) between the major axis of the air bubble ellipse and X (R) and Y ( $R \times \theta$ ) axes for XY and YZ section planes, respectively.

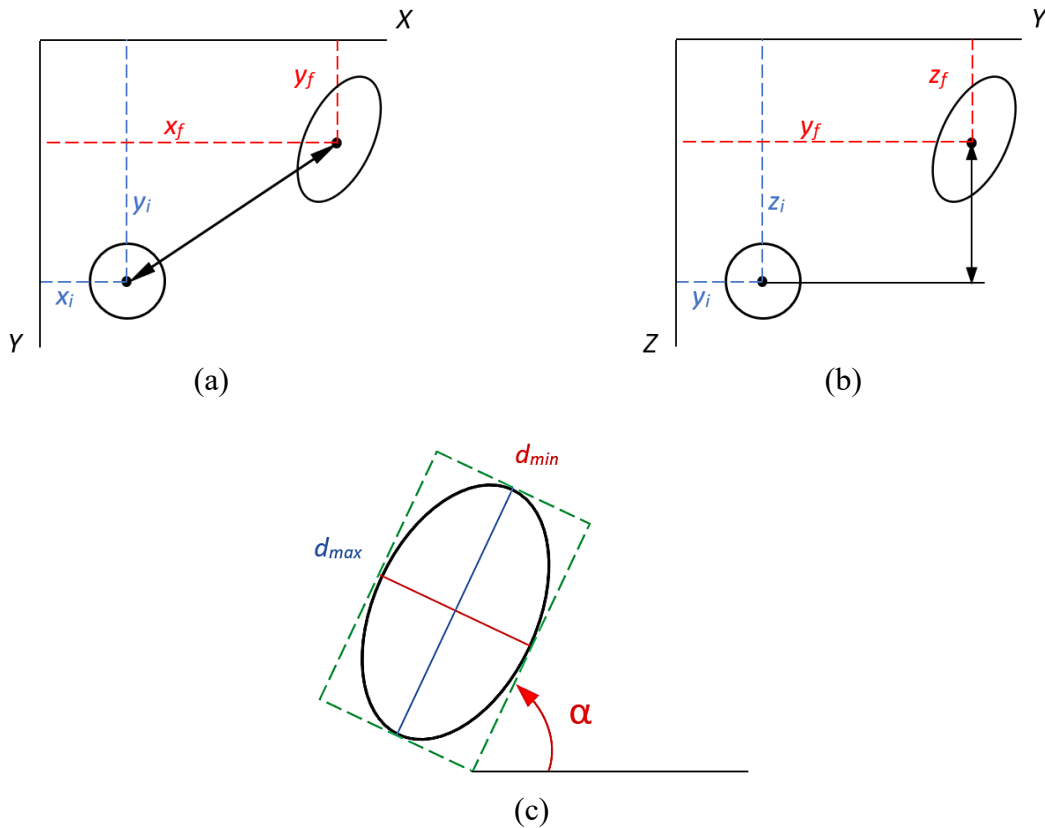


Figure 4. 14. Evaluation of (a) horizontal displacement, (b) vertical displacement, and (c) elongation and orientation of the investigated air bubbles

#### **4.7.2.2 Effect of the plastic viscosity of suspending fluid on stability of air-void system**

The stability characteristics of the AVS of the investigated suspensions in selected horizontal and vertical section planes are evaluated by considering suspending fluids with a given surface tension of 36 mN/m and different plastic viscosity values of 5, 10, and 30 Pa.s. The obtained results are presented in the following sections.

##### **a. Horizontal plane XY, parallel to flow direction**

The stability characteristics of the 2 mm air bubbles located in the selected XY plane ( $Z = 5.375$  mm) and different shearing zones ( $Z_1$ - $Z_4$ ) are presented in Fig. 4.15. As can be observed, increasing the plastic viscosity of suspending fluid can slightly increase the horizontal displacement and elongation of the air bubbles. For example, an increase in the plastic viscosity from 5 to 30 Pa.s can increase the horizontal displacement from 5.997 to 6.184 mm and elongation from 0.814 to 0.839 of the 2 mm diameter air bubble at zone  $Z_4$ .

However, the displacement and deformation characteristics of the air bubbles are found to be more dominated by the shearing zone location ( $Z_1$  to  $Z_4$ ). As can be observed in Fig. 4.15, increasing the distance from the rotating outer cylinder (i.e.,  $Z_4$  to  $Z_1$ ) can decrease both the horizontal displacement and elongation of the air bubble. For example, for a given suspending fluid with a plastic viscosity of 5 Pa.s, the horizontal displacement and elongation values of the 2- mm diameter air bubbles at zones  $Z_1$  and  $Z_4$  are between 0.039-0.5997 mm and 0.114-0.814, respectively.

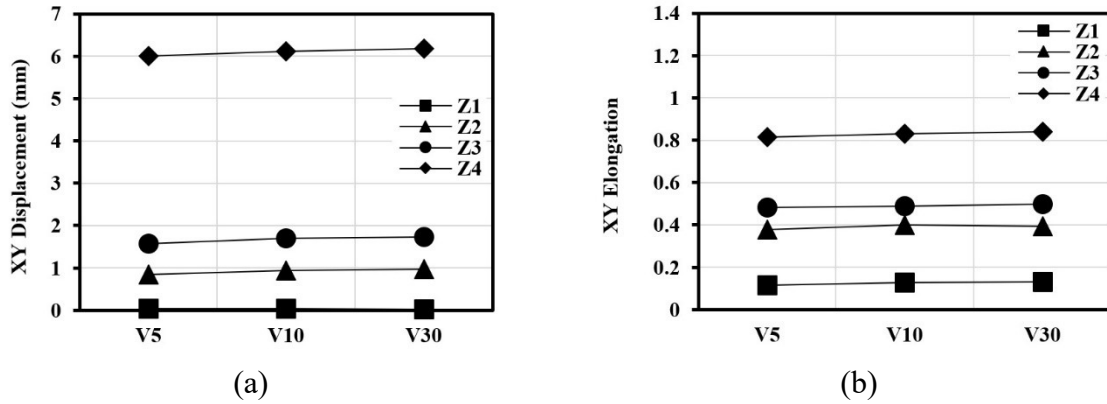


Figure 4. 15. Variation of (a) horizontal displacement and (b) elongation of 2 mm diameter air-bubbles in XY plan and different shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$  with the plastic viscosity of suspending fluid

### b. Vertical plane YZ, perpendicular to the flow direction

The stability characteristics of the 2-mm air bubbles located at the top layer of two selected vertical YZ planes located in the shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$  and subjected to both static and dynamic shear modes are presented in Fig. 4.16. As can be observed, increasing the plastic viscosity of suspending fluid can decrease the vertical displacement (rising motion) and increase the elongation of air bubbles, regardless of the shear mode (static vs dynamic). For example, under dynamic shear mode, an increase in the plastic viscosity of suspending fluid from 5 to 30 Pa.s can decrease the rising distance of air bubbles from 0.196 to 0.148 mm and increase their elongation from 0.368 to 0.417.

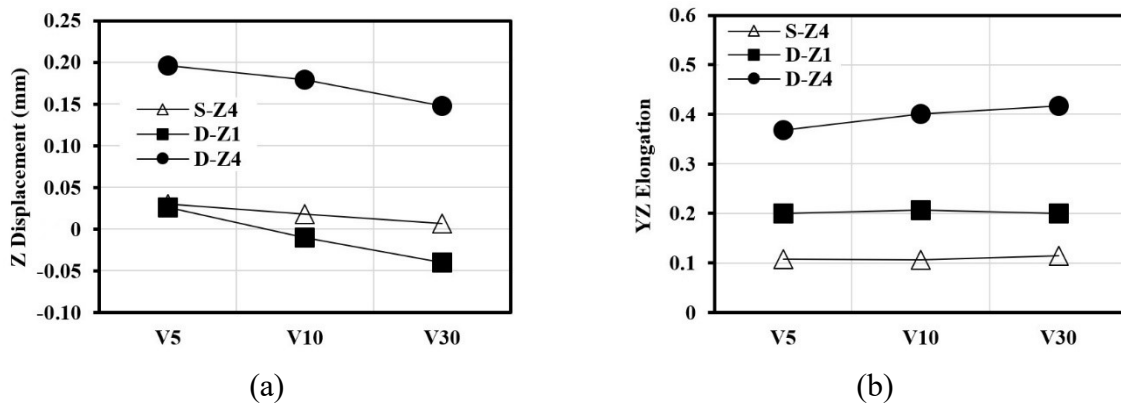


Figure 4. 16. Variation of (a) vertical displacement and (b) elongation of 2-mm diameter air bubbles at the top layer of selected vertical planes and different shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$  under static (S) and dynamic (D) shear modes with the plastic viscosity of suspending fluid

Test results revealed that displacement and deformation characteristics of the air bubbles are more dominated by both the shear mode (static or dynamic) and shearing zone location ( $Z_1$ - $Z_4$ ). As can be observed in Fig. 4.16, the air bubbles show higher displacement and elongation under dynamic shear mode compared to the static one. For example, for a given plastic viscosity of 5 Pa.s, the 2-mm diameter air-bubbles at the top layer of zone  $Z_4$  shows 0.030 and 0.196 mm rising displacement, as well as 0.107 and 0.368 elongation under static and dynamic shear modes, respectively.

On the other hand, similarly to the XY plane, increasing the distance from the rotating outer cylinder (i.e.,  $Z_4$  to  $Z_1$ ) can decrease the vertical displacement and elongation of the air bubble. For example, for suspending fluid with a given plastic viscosity of 5 Pa.s, the minimum and maximum values of rising displacement of 0.026 and 0.196 mm, and elongation of 0.200 and 0.368, respectively, are obtained for the 2-mm diameter air bubbles at the top layer of zones  $Z_1$  and  $Z_4$ .

Moreover, the rising velocity of air bubbles in vertical planes are also investigated. An example of vertical velocity magnitudes and vectors around a 2-mm air bubble at the top layer of zone  $Z_1$  is presented in Fig. 4.17a (D-ST73-V5 simulation). As can be observed in Fig. 4.17b, increasing the plastic viscosity of suspending fluid can significantly reduce the rising velocity magnitude of the air bubbles located closer to the rotating cylinder (i.e.,  $Z_4$  versus  $Z_1$ ) and subjected to dynamic shear mode. For example, an increase of the plastic viscosity of suspending fluid from 5 to 30 Pa.s can reduce the rising velocity in zone  $Z_1$  under dynamic mode from 0.000191 to -0.000422 m/s. While in zone 4, under static or dynamic mode, this reduction varies from 0.00083 to 0.000213 and 0.00422 to -0.00217 m/s, respectively.

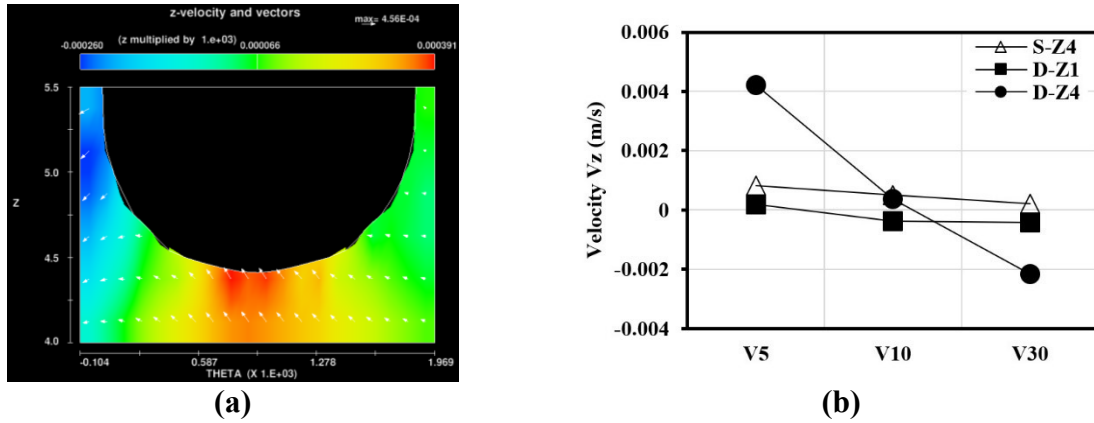


Figure 4. 17. Variation of (a) vertical flow velocity vectors and contours around a 2-mm air-bubbles located at the top layer of zone  $Z_1$  for D-ST73-V5 simulation, (b) vertical rising velocity of 2-mm diameter air-bubbles in the selected vertical plane and different shearing zones of  $Z_1$  and  $Z_4$  under static (S) and dynamic (D) shear modes with the plastic viscosity of suspending fluid

#### 4.7.2.3 Effect of the surface tension of suspending fluid on stability of AVS

The stability of 2-mm diameter air-bubbles located in the selected horizontal and vertical section planes is evaluated using suspending fluids with a given plastic viscosity of 5 Pa.s and different surface tension values of 5, 36, and 73 mN/m.

##### a. Horizontal plane XY, parallel to flow direction

The stability characteristics of the 2-mm air-bubbles located in the selected XY plane ( $Z = 5.375$  mm) and different shearing zones  $Z_1$ - $Z_4$  are illustrated in Fig. 4.18. As can be observed, increasing the surface tension of suspending fluid can decrease the horizontal displacement and elongation of air bubbles. On the other hand, increasing the distances away from the rotating outer cylinder can reduce this effect. Moreover, the displacement and elongation characteristics of air bubbles are found to be dominated by the location of shearing zone ( $Z_1$  to  $Z_4$ ). Indeed, as can be observed in Fig. 4.18, similarly to the test results presented in the last section, increasing the distance from the rotating outer cylinder (i.e.,  $Z_4$  to  $Z_1$ ) can decrease the horizontal displacement and elongation of air bubble.

However, the variation of surface tension shows more effect than the plastic viscosity of suspending fluid on the stability of air bubbles. For example, an increase in the surface tension



of suspending fluid from 5 to 73 mN/m can decrease the horizontal displacement of 2-mm diameter air-bubbles at zone  $Z_4$  from 7.134 to 4.965 mm, and their elongation from 0.850 to 0.687. While in zone  $Z_1$ , the reduction of the horizontal displacement and elongation varies from 0.050 to 0.036 mm and 0.850 to 0.687, respectively.

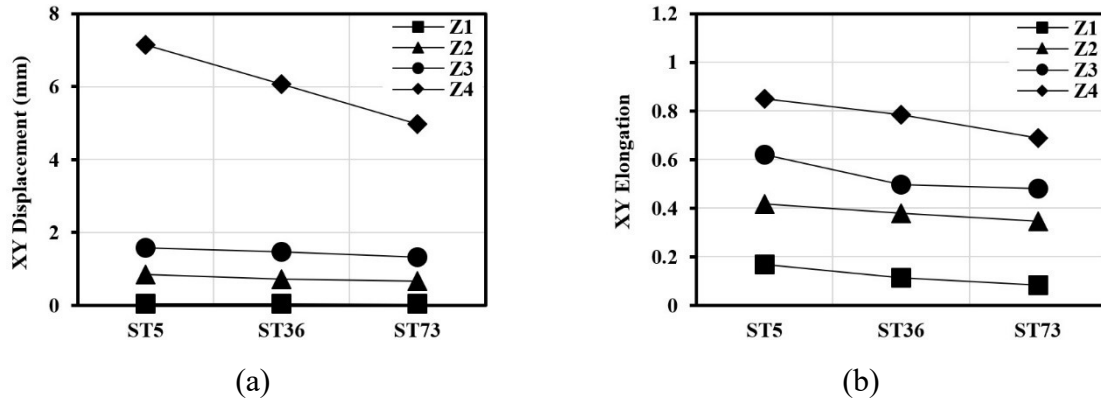


Figure 4. 18. Variation of (a) horizontal displacement and (b) elongation of 2-mm diameter air-bubbles in the selected horizontal plane and different shearing zones ( $Z_1$  to  $Z_4$ ) with surface tension of the suspending fluid

#### b. Vertical plane YZ, perpendicular to the flow direction

For the suspensions proportioned with suspending fluid having a plastic viscosity of 5 Pa.s and different surface tension values, the stability of the 2-mm air-bubbles located at the top layer of two selected vertical YZ planes at shearing zones  $Z_1$  to  $Z_4$  and subjected to both static and dynamic shear modes are presented in Fig. 4.19. As can be observed, in the case of static mode and for a given plastic viscosity, increasing the surface tension of suspending fluid from 5 to 73 mN/m can increase more significantly the elongation (0.120 to 0.350) and rising velocity (0.000558 to 0.00134 m/s) of the AVS at zone  $Z_4$ , compared to the vertical displacement magnitudes (0.028 to 0.034 mm).

However, in zone  $Z_1$  and under dynamic shear mode, this can lead to an increase in vertical displacement from 0.019 to 0.040 and rising velocity from 0.000189 to 0.000391 m/s, and a decrease in elongation of air bubbles from 0.212 to 0.160. While in  $Z_4$ , the vertical displacement and rising velocity undergo an increase from 0.146 to 0.156 mm and 0.00136 to 0.00422 m/s, respectively. The third factor (elongation) undergoes a decrease from 0.377 to 0.287.

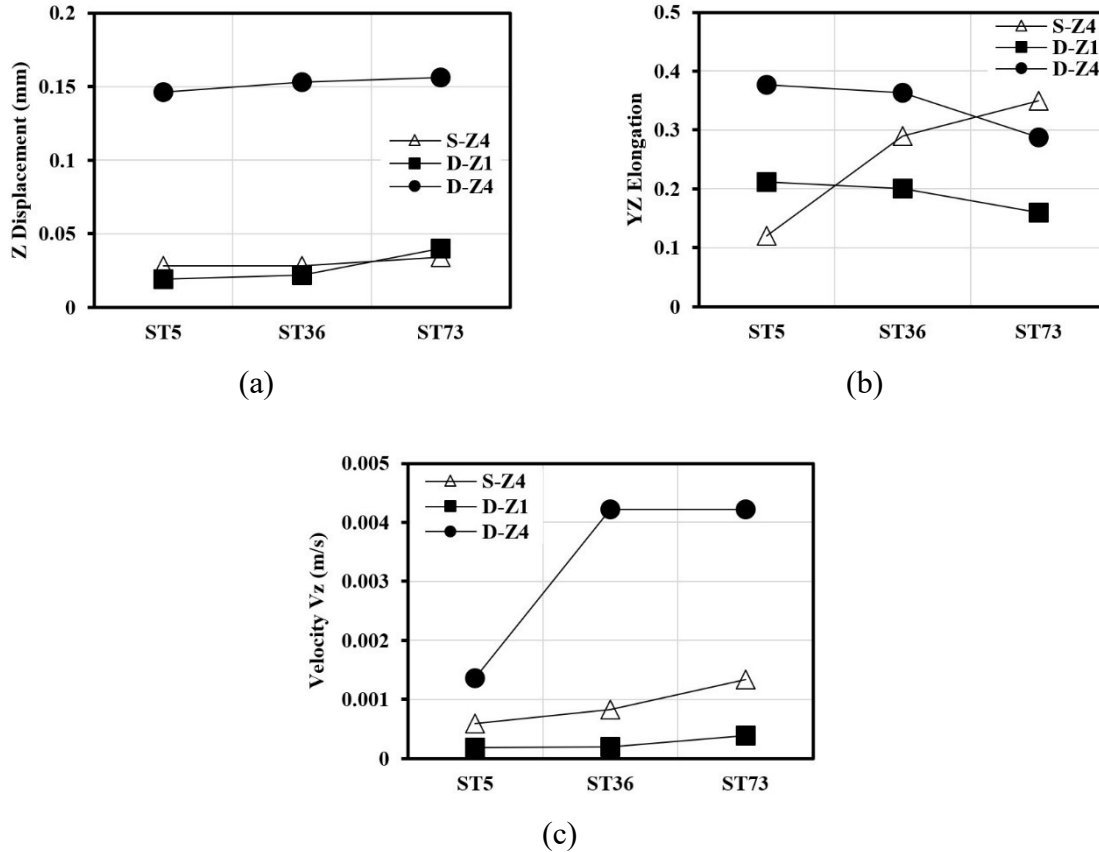


Figure 4. 19. Variation of (a) vertical displacement, (b) elongation, and (c) vertical rising velocity of 2-mm diameter air-bubbles located at the top layer of selected vertical plane and different shearing zones  $Z_1$  and  $Z_4$  under static and dynamic shear modes with the surface tension of the suspending fluid

#### 4.7.2.4 Effect of the air bubble's diameter on stability of the AVS

In order to evaluate the effect of air bubble's size on stability of AVS, the stability characteristics of 1- and 2-mm diameters air-bubbles are compared in the selected horizontal and vertical planes. Accordingly, horizontal and vertical displacements, elongations, orientation angles, as well as the vertical rising velocity of 2 mm diameter air-bubbles located in zone  $Z_4$  are correlated with those obtained with 1 mm diameter air-bubbles located in the same zone  $Z_4$  (Fig. 4.20). The stability results are investigated in horizontal and vertical directions, as follow:

**a. Stability of AVS in the flow direction (horizontal plane)**

As presented in Figs. 4.20a, b, and c, under static shear mode, the 2 mm diameter air-bubbles show higher horizontal displacement, but less elongation and orientation angle than those obtained for 1-mm diameter air-bubbles. On the other hand, in the case of dynamic shear mode, higher horizontal displacement and orientation angle, and less elongation values are obtained for 1 mm diameter air-bubbles compared to those obtained for 2 mm diameter air-bubbles.

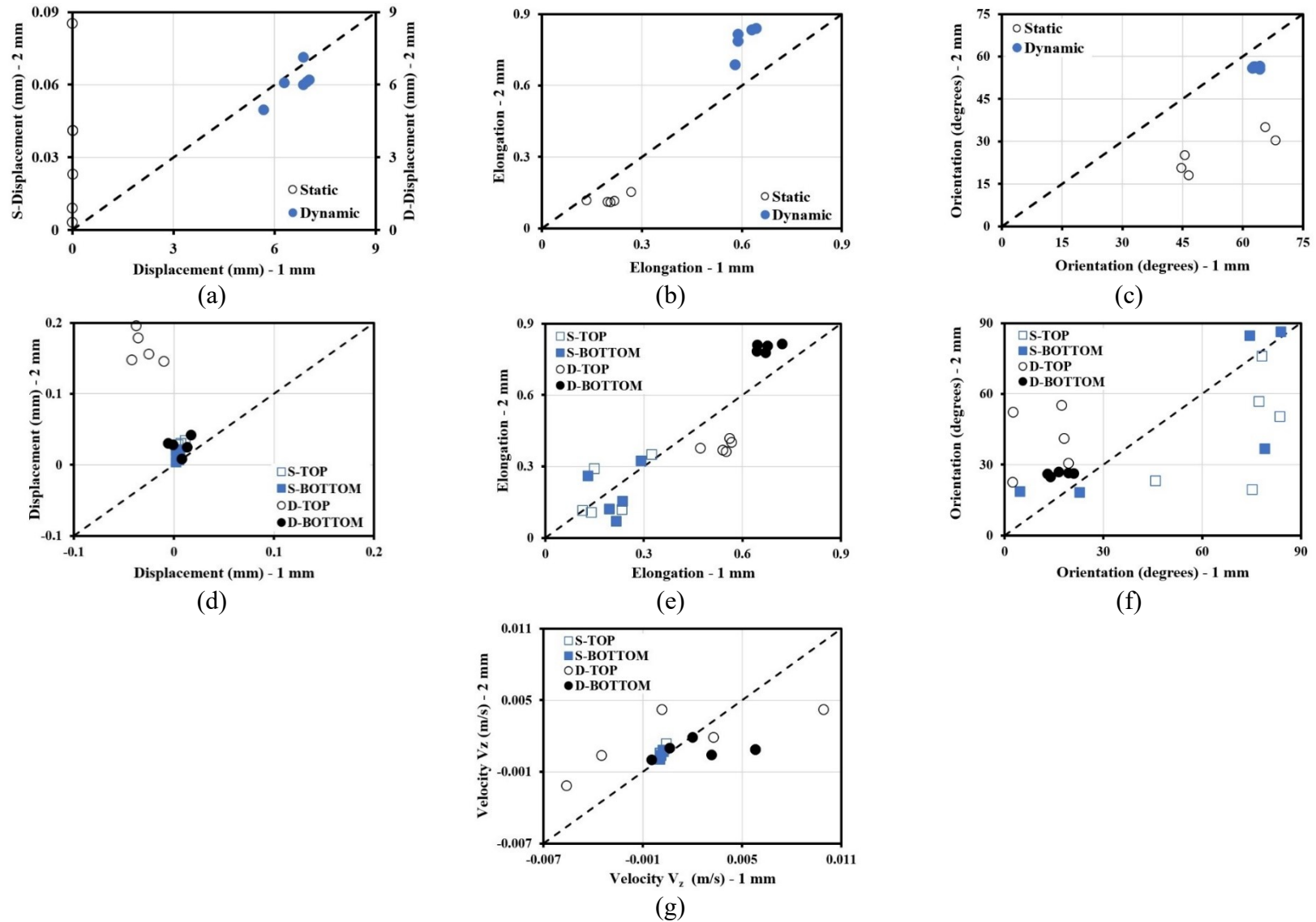


Figure 4. 20. Variation of horizontal (a) displacement, (b) elongation, (c) orientation angle, and vertical (d) displacement, (e) elongation, (f) orientation angle, and (g) vertical rising velocity of 2-mm diameter air-bubbles with results obtained with 1-mm diameter air-bubbles located at top and bottom layers of the zone Z4 under static (S) and dynamic (D) shear modes

## **b. Stability of air bubbles in the vertical direction**

As presented in Figs. 4.20d, e, f, and g, under the static shear mode, the 1- and 2-mm diameters air-bubbles show comparable values of elongation, regardless of the vertical position. However, the 2 mm diameter air-bubbles show slightly higher vertical displacement and rising velocity values than the 1 mm air bubbles. Moreover, the smaller air-bubbles (1 mm diameters) exhibit higher orientation angles than the larger ones (2 mm diameter). This may be due to the higher flattening of large air bubbles compared to smaller ones. On the other hand, under dynamic shear mode, the 2 mm diameter air-bubbles show higher vertical displacement and orientation angles than those obtained with 1-mm size. It is worthy to mention that the decrease in distance from the surface (i.e., from bottom to top layer) can increase the effect of size of air bubbles on their vertical displacement and orientation angles. Furthermore, similarly to the static mode and in accordance with the selected vertical planes, the 2-mm diameters air-bubbles show higher elongation magnitudes than the 1-mm air-bubbles in the bottom layers. However, the opposite trend is observed with air bubbles in the top layers.

### **4.7.2.5 Effect of initial vertical position of the air bubbles on stability of the AVS**

In this section, the stability characteristics of 1- and 2-mm diameter air-bubbles located at both top and bottom layers in the shear zone  $Z_4$  are compared under different shear modes. As can be observed in Fig. 4.21, under the static shear mode, the air bubbles located at the top layer of vertical section planes show slightly higher vertical displacement and rising velocity than the air bubbles located in the bottom layers, regardless of the size of air bubbles. However, the air bubbles located at top and bottom layers of the vertical section planes show comparable elongation and orientation angle magnitudes under static mode.

The numerical results revealed that, under dynamic shear mode, the air bubbles located at the top layer show lower elongation magnitudes than those located in the bottom layer, regardless of air bubbles diameter. On the other hand, the 1- and 2-mm diameter air-bubbles located at the top layer of selected vertical plane show lower vertical displacement and higher rising velocity magnitudes than the air bubbles located at the bottom layer. Moreover, any special trend is not

observed for the orientation angles of air bubbles with different initial vertical positions and comparable values are obtained, regardless of their size and the shearing mode.

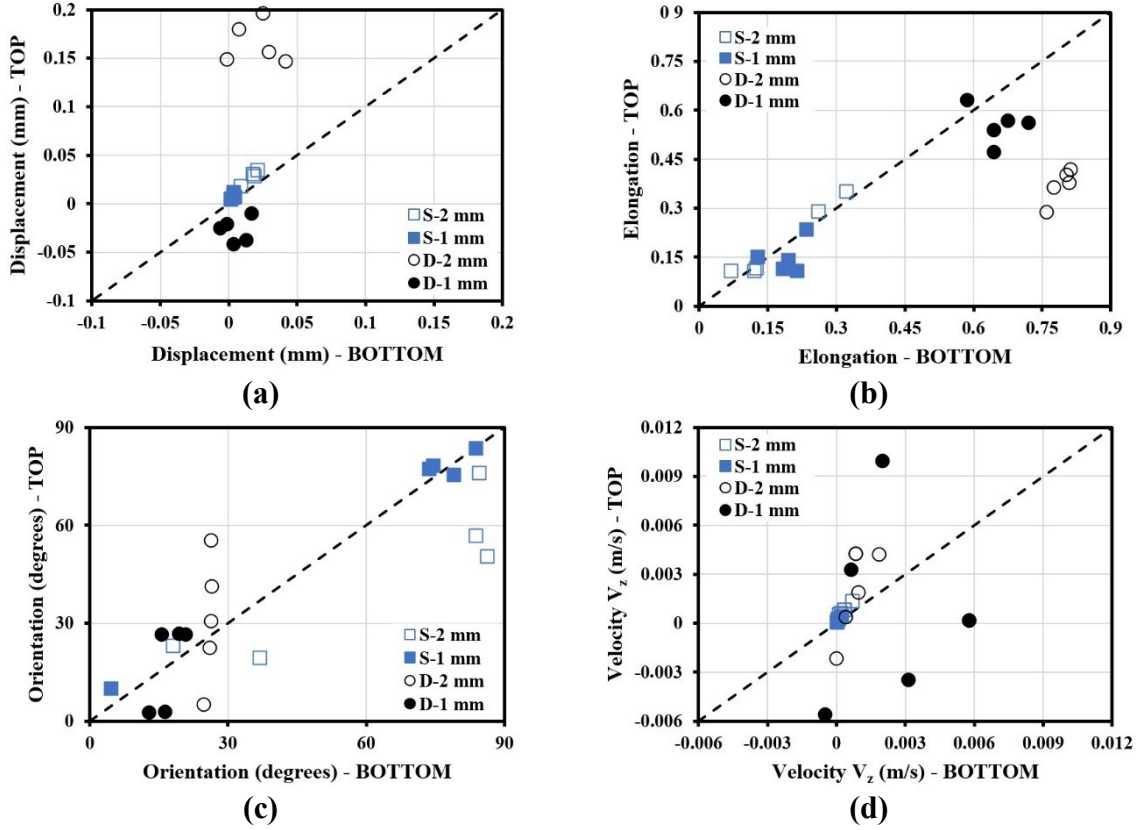


Figure 4.21. Variation of vertical (a) displacement, (b) elongation, (c) orientation angles, and (d) vertical rising velocity of 1- and 2-mm diameters air-bubbles located at the top layer of selected vertical plane in zone Z4 with those located in the bottom layers under static and dynamic shear modes

## 4.8 Conclusions

In this paper, the flow performance of highly-flowable cement-based materials considered as a 3-phases gas-liquid-solid system in a coaxial cylinders tribometer set-up was numerically simulated. The simulated multiphase suspensions consisted of suspending fluid (cement paste), solid particles (aggregate), and gas (air bubbles) phases. In total, 10 numerical simulations were developed to evaluate the effect of plastic viscosity and surface tension of the suspending fluid on the flow performance of suspensions and stability of the air bubbles. The evaluation of air bubbles having different size (1 and 2 mm) and located at different zones ( $Z_1$ - $Z_4$  and  $Z_{1-1}$ - $Z_{4-1}$ ) in fluids having different rheological properties and subject to different shear modes (static and

dynamic) were studied. According to the obtained numerical results, the following conclusions can be drawn:

1. The dynamic interaction of the three different phases of liquid (cement paste), solid (aggregate), and gas (air bubbles) using VOF and GMO models was successfully simulated using CFD approach. Using the postprocessing results of CFD models, the image processing techniques were successfully used to evaluate the displacement and deformation (stability) of the air bubbles in horizontal and vertical directions.
2. The numerical simulations showed that the shear mode (i.e., static or dynamic) can significantly affect the flow performance of suspensions and stability of air-void system. Accordingly, higher flow velocity, shear rate, and pressure, as well as higher displacement, elongation, and orientation angle magnitudes of air bubbles were obtained under dynamic shear mode compared to the static mode. As expected, the AVS is found to be less stable when the suspension is flowing (i.e., dynamic mode) compared to the static mode.
3. Under the static shear mode, higher shear rate and pressure magnitudes were obtained in the neighborhood of the inner and outer cylinders due to the wall effect. However, under the dynamic mode, the flow performance characteristics and stability of AVS were found to be significantly influenced by the distance from the shear source (the rotating outer cylinder).
4. Concurrent presence of suspending fluid, solid particles, and air bubbles resulted in increasing the flow velocity, shear rate, and pressure magnitudes under both static and dynamic shear modes. Due to interaction of the three phases, higher impacts were found in the case of flow pressure and shear rate magnitudes under dynamic shear mode, compared to the flow velocity.
5. Increasing the plastic viscosity of the suspending fluid significantly decreased the shear rate and increased the pressure magnitudes under both static and dynamic shear modes. However, the flow velocity and shear rate values under dynamic shear mode were found to be more controlled by the shear regime. From a stability point of view, increasing the plastic viscosity of suspending fluid decreased the rising displacement and increased vertical elongation, and significantly decreased the rising velocity magnitudes of the air bubbles in both static and dynamic shear modes. Furthermore, increasing the plastic

viscosity of suspending fluid can slightly increase the horizontal displacement and elongation of the air bubbles.

6. Increasing the surface tension of suspending fluid increased the shear rate and pressure magnitudes under the static mode. However, the flow performance of suspensions proportioned with suspending fluids having different surface tension values and subjected to dynamic mode were found to be more influenced by the shear mode rather than the surface tension variations.
7. From the stability point of view, under the static mode, increasing the surface tension of the suspending fluid can increase more significantly the elongation and rising velocity of the air bubbles compared to vertical displacement magnitudes. On the other hand, under dynamic mode, this can decrease the displacement and elongation of the air bubbles in a plane parallel to the flow direction. However, in a plane perpendicular to the flow direction, this can increase the vertical displacement and rising velocity and decrease the elongation of air bubbles.
8. The displacement and deformation characteristics of the air bubbles are found to be more dominated by the shear mode and distance from the shearing source (the rotating cylinder) compared to the plastic viscosity and surface tension of the suspending fluid.
9. The numerical simulations showed that both the diameter and initial vertical position of the air bubbles can significantly affect the stability characteristics of AVS under static and dynamic shear modes. Accordingly, larger air bubbles located at the top layers of the suspension are more unstable than the smaller bubbles initially placed at the bottom layers of the suspension.

## 4.9 Acknowledgment

The authors wish to thank the financial support of the National Science and Engineering Research Council of Canada (NSERC) and the 8 industrial partners participating in the NSERC Chair on Development of Flowable Concrete with Adapted Rheology and Their Application in Concrete Infrastructures, held by Professor Ammar Yahia at the Université de Sherbrooke.



## 4.10 References

- [1] K.H. Khayat, Workability, testing, and performance of self-consolidating concrete, *ACI Mater. J.* 96 (3) (1999) 346-353.
- [2] K.H. Khayat, Use of viscosity-modifying admixture to reduce top-bar effect of anchored bars cast with fluid concrete, *ACI Mater. J.* 95 (2) (1998) 158-167.
- [3] M. Pigeon, R. Pleau, *Durability of Concrete in Cold Climates*, E & FN SPON, Chapter 6, 1995, ISBN 9780419192602.
- [4] S.H. Kosmatka, B. Kerkhoff, C.W. Panarese, N.F. MacLeod, R.J. McGrath, *Dosage et contrôle des mélanges de béton*, Association Canadienne du ciment, 8th edition, Chapter 10, *Béton à air entraîné*, 2011, ISBN-13: 9781896553221.
- [5] J. Ralston J, S.S. Dukhin, N.A. Mishchuk, Wetting film stability and flotation kinetics, *Advances in Colloid and interface Science* (2002) 95, 145-236.
- [6] X. Frank, H.Z. Li, D. Funfschilling, F. Burdin, Y. Ma, Bubbles motion in non-Newtonian fluids and suspensions, *Can. J. Chem. Eng.* 81 (2003) 483-490.
- [7] D. Bothe, A. Reusken, *Transport Processes at Fluidic Interfaces*, Springer, 2017, ISBN 978-3-319-56602-3
- [8] X. Xu, J. Zhang, F. Liu, X. Wang, W. Wei, Z. Liu, Rising behavior of single bubble in infinite stagnant non-Newtonian liquids, *International Journal of Multiphase Flow*, 95 (2017), 84-90.
- [9] X. Yan, K. Zheng, Y. Jia, Z. Miao, L. Wang, Y. Cao, J. Liu, Drag coefficient prediction of a single bubble rising in liquids, *Ind. Eng. Chem. Res.* 57 (2018), 5385-5393.
- [10] P. Snabre, F. Magnifotcham, Formation and rise of a bubble stream in a viscous liquid, *The European Physical Journal B - Condensed Matter and Complex Systems*, 4 (3) (1998) 369-377.
- [11] O. Bonnefoy, *Écoulements polyphasiques: introduction*, Version : 0.50, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, France, (2017), 1-54 ([www.emse.fr/~bonnefoy/Public/Polyphasique-EMSE.pdf](http://www.emse.fr/~bonnefoy/Public/Polyphasique-EMSE.pdf))
- [12] E. Guazzelli, *Rhéologie des fluides complexes*, École d'ingénieur. *Rhéologie des fluides complexes*, France (2001) cel-01522165
- [13] C.F. Ferraris, Measurement of the Rheological properties of high performance concrete: State of the art report, *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 104 (5) (1999), 461-478.
- [14] A. Yahia, S. Mantellato, R.J. Flatt, Concrete rheology: a basis for understanding chemical admixtures. In: Aïtcin, P.-C., Flatt, R.J. (Eds.), *Science and Technology of Concrete Admixtures*. Elsevier, (Chapter 7) (2016) 97-127.
- [15] C.F. Ferraris, P. Billberg, R. Ferron, D. Feys, J. Hu, S. Kawashima, E. Koehler, M. Sonebi, J. Tanesi, N. Tregger, Role of Rheology in Achieving Successful Concrete Performance, A contribution from ACI Committee 238, *Workability of Fresh Concrete* (2017).
- [16] J. Szwabowski, Influence of three-phase structure on the yield stress of fresh concrete, *Rheology of fresh cement and concrete*, in: P.F.G. Banfill (Ed.), *Proceedings of the International Conference organized by the British Society of Rheology*, University of Liverpool, UK 16-29 March 1990. London: E. and F.N. Spon, 241-248.

- [17] H. Okamura, K. Ozawa, Self-Compacting high performance Concrete, *Structural Engineering International*, 4 (1996).
- [18] H. Okamura, Self-compacting high performance concrete, *Concr. Int.* 19 (7) (1997) 50-54.
- [19] H. Okamura, M. Ouchi, Self-compacting high performance concrete, *Prog. Struct. Mat. Eng.* 1 (4) (1998) 378-383.
- [20] H. Okamura, Self-Compacting high performance concrete, Social System Institute, (1999) Tokyo.
- [21] A. Skarendahl, O. Petersson, Self-Compacting Concrete Proceedings of the first international RILEM symposium, *RILEM proceedings* 7, (1999) Stockholm.
- [22] O. Wallevik, I. Nielsson, Self-Compacting Concrete Proceedings of the third international RILEM symposium, in: *RILEM proceedings PRO 33*, Reykjavik (2003) - 1030.
- [23] J. Li, J. Yin, S. Zhou, Y. Li, Mix proportion calculation method of self-compacting high performance concrete, in: *First International Symposium on Design, Performance and Use of Self-Consolidating SCC'2005-China*, Changsha, Hunan, China 26-28 May (2005) 199-205.
- [24] P.L. Domone, Self-compacting concrete: An analysis of 11 years of case studies, *Cement Concr. Compos.* 28 (2006) 197-208.
- [25] G.D. Schutter, P.J.M. Bartos, P. Domone, J. Gibbs, *Self Compacting Concrete*, Whittles Publishing, Dunbeath (2008) 296.
- [26] J. Gołaszewski, A. Kostrzanowska, Rheological properties and air content of self-compacting high performance concrete, *Design, Production and Placement of SCC*, Ed. Khayat K.H., 26-29 September (2010), Montreal, Canada.
- [27] K.H. Khayat, Design, Production and Placement of SCC, in: *International RILEM Symposium of Self-Compacting Concrete*, Montreal, Canada, September (2010) 26-29.
- [28] A. Kostrzanowska-Siedlarz, J. Gołaszewski, Rheological properties and the air content in fresh concrete for self compacting high performance concrete, *Construction and Building Materials*, 94 (2015) 555-564.
- [29] J. Marchand, R. Pleau, R. Gagné, Deterioration of concrete due to freezing and thawing, J. Skalny, S. Mindes (Eds.), *Materials Science of Concrete*, Volume IV, American Ceramic Society (1994), 283-354.
- [30] H.S. Wong, A.M. Pappas, R.W. Zimmerman, N.R. Buenfeld, Effect of entrained air voids on the microstructure and mass transport properties of concrete, *Cement and Concrete Research*, 41 (2011) 1067-1077.
- [31] T.C. Powers, Topics in concrete technology — Part 3: Mixtures containing intentionally entrained air, *J. PCA Res. Dev. Labs*, 6 (13) (1964) 19-42.
- [32] Y. Tazawa, K. Motohashi, T. Ohno, Improvement of bond strength of construction joints in inverted construction method with cellulose ether, In: Vasquez, E. (Eds.), *Admixtures for Concrete: Improvement of Properties*, Proceedings of the International RILEM Symposium (1990) 591-607.
- [33] G. Pucci, D.M. Harris, J.W.M. Bush, Partial coalescence of soap bubbles, *Physics of Fluids* 27 (6) 061704 (2015).
- [34] E.E. Zukoski, Influence of viscosity, surface tension, and inclination angle on motion of long bubbles in closed tubes, *J. Fluid Meek*, 25 (4) (1966) 821-837.
- [35] M. Ouchi, J. Sakue, Self-compactability of fresh concrete in terms of dispersion and coagulation of particles of cement subject to pumping, In: *Proceedings of the 3rd*

- North-American conference on the design and use of self-consolidating concrete, Chicago (2008).
- [36] K. Takahashi, T. Bier, Mechanisms for the changes in fluidity and hydration kinetics of grouts after mixing, In: Proceedings of the 6th international RILEM conference on self-compacting concrete, Paris, (2013).
  - [37] T. Bier, K. Takahashi, Influence of pumping of fresh concrete properties for SCC, ACI Spring Convention, Kansas-City (2015).
  - [38] D. Feys, G.D. Schutter, K.H. Khayat, R. Verhoeven, Changes in rheology of self-consolidating concrete induced by pumping, *Materials and Structures*, 49 (2016) 4657-4677.
  - [39] C.D. Johnston, Deicer Salt Scaling Resistance and Chloride Permeability, *Concrete International*, 16 (8) (1994) 48-55.
  - [40] C. MacInnis, D. Racic, The effect of superplasticizers on the entrained air-void system in concrete, *Cement and Concrete Research*, 16 (3) (1986) 345-352.
  - [41] B. Łązniewska-Piekarczyk, Influence of antifoaming admixture type on several properties of high-performance self-compacting concrete, *Journal of Materials in Civil Engineering*, 27 (9) (2015) Article number 04014247
  - [42] E. Kojima, A. Takashi, T. Shirai, Rising velocity and shape of single air bubbles in highly viscous liquids, *Journal of Chemical Engineering of Japan*, vol. 1 (1) (1968) 45-50.
  - [43] R.P. Chhabra, *Bubbles, Drops and Particles in Non-Newtonian Fluids*. CRC Press, Boca Raton (1993).
  - [44] A.A. Kulkarni, J.B. Joshi, Bubble formation and bubble rise velocity in gas-liquid system: a review, *Ind. Eng. Chem. Res.* 44 (2005) 5874.
  - [45] S.J. Lind, T.N. Phillips, Spherical bubble collapse in viscoelastic fluids, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 165 (2010) 56-64.
  - [46] L. Zhang, C. Yang, Z-S. Mao, Numerical simulation of a bubble rising in shear-thinning fluids, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 165 (2010) 555-567.
  - [47] S.J. Lind, T.N. Phillips, The effect of viscoelasticity on a rising gas bubble, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 165 (2010) 852-865.
  - [48] B. Sun, Y. Guo, Z. Wang, X. Yang, P. Gong, J. Wang, N. Wang, Experimental study on the drag coefficient of single bubbles rising in static non-Newtonian fluids in wellbore, *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 26 (2015) 867-872.
  - [49] A.R. Premlata, M.K. Tripathi, B. Karri, K.C. Sahu, Dynamics of an air bubble rising in a non-Newtonian liquid in the axisymmetric regime, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 239 (2017) 53-61.
  - [50] M. Pang, M. Lu, Numerical study on dynamics of single bubble rising in shear-thinning power-law fluid in different gravity environment, *Vacuum*, 153 (2018) 101-111.
  - [51] C.W. Hirt, B.D. Nichols, Volume of fluid (VOF) method for the dynamics of free boundaries, *J. Comput. Phys.* 39 (1) (1981) 201-225.
  - [52] J. Klostermann, K. Schaake, R. Schwarze, Numerical simulation of a single rising bubble by VOF with surface compression, *Int. J. Numer. Meth. Fluids*, 71 (2013) 960-982.
  - [53] J. Hua, CFD simulations of the effects of small dispersed bubbles on the rising of a single large bubble in 2D vertical channels, *Chemical Engineering Science*, 123 (2015) 99-115.

- [54] J.C. Cano-Lozano, R. Bolaños-Jiménez, C. Gutiérrez-Montes, C. Martínez-Bazán, The use of Volume of Fluid technique to analyze multiphase flows: Specific case of bubble rising in still liquids, *Applied Mathematical Modelling*, 39 (2015) 3290-3305.
- [55] W. Abbassi, S. Besbes, M. Elhajem, H. Ben Aissia, J.Y. Champagne, Numerical simulation of free ascension and coaxial coalescence of air bubbles using the volume of fluid method (VOF), *Computers and Fluids*, 161 (2018) 47-59.
- [56] H. Pan, X-Z. Chen, X-F. Liang, L-T. Zhu, Z-H. Luo, CFD simulations of gas-liquid-solid flow in fluidized bed reactors - A review, *Powder Technology*, 299 (2016) 235-258.
- [57] X. Sun, M. Sakai, Three-dimensional simulation of gas-solid-liquid flows using the DEM-VOF method, *Chemical Engineering Science*, 134 (2015) 531-548.
- [58] Y. Xu, M. Liu, C. Tang, Three-dimensional CFD-VOF-DPM simulations of effects of low-holdup particles on single-nozzle bubbling behavior in gas-liquid-solid systems, *Chemical Engineering Journal*, 222 (2013) 292-306.
- [59] Q. Liu, Z-H. Luo, CFD-VOF-DPM simulations of bubble rising and coalescence in low hold-up particle-liquid suspension systems, *Powder Technology*, 339 (2018) 459-469.
- [60] FLOW3D® Software User Guide, Flow Science Inc, 2016. <https://www.flow3d.com>.
- [61] P.F.G. Banfill, Rheology of fresh cement and concrete, Edinburgh (1991) 61-130, doi: 10.4324/9780203473290.
- [62] P.J.M. Bartos, D.L. Marrs, D.J. Cleland, Production methods and workability of concrete, international RILEM symposium, RILEM proceedings 32, (1996) Scotland.
- [63] M. Zhu, F.G Wang, F.Z Wang, Y.P Liu, The micromechanics model analysis of the viscosity regulation of ultra-high strength concrete with low viscosity, *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering* 170 (2017) 012033, doi:10.1088/1757-899X/170/1/012033.
- [64] J.D. Berry, M.J. Neeson, R.R. Dagastine, D.Y.C. Chan, R.F. Tabor, Measurement of surface and interfacial tension using pendant drop tensiometry, *Journal of Colloid and Interface Science*. Elsevier, 454 (2015) 226-237.
- [65] D.M. Leppinen, Q.X. Wang, J.R. Blake, Pulsating bubbles near boundaries. In: Can F. Delale (Eds.), *Bubble dynamics and shock waves*. Springer, (Part I) (2013) 33-66.
- [66] C. Lechner, M. Koch, W. Lauterborn, R. Mettin, Pressure and tension waves from bubble collapse near a solid boundary: A numerical approach, *The Journal of the Acoustical Society of America* 142, 3649 (2017).
- [67] C.W. Hirt, M.R. Barkhudarov, Void regions and bubbles models in Flow3D, *Flow Science Report*, (2013) 1-13.
- [68] J. José, L. Cela, Analysis of reinforced concrete structures subjected to dynamic loads with a viscoplastic Drucker-Prager model, *Applied Mathematical Modelling* 22 (1998) 495-515.
- [69] J.J. Royer, N. Monnin, N. Pailot-Bonnetat, L.O. Filippov, I.V. Filippova, T. Lyubimova, Thermodynamics of ultra-sonic cavitation bubbles in flotation ore processes, *IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series* 879 (2017) 012024.
- [70] M. Dular, O. Coutier-Delgosha, Thermodynamic effects during growth and collapse of a single cavitation bubble, *J. Fluid Mech.* (2013), vol. 736, 44-66.
- [71] M. Hosseinpour, K.H. Khayat, A. Yahia, Numerical simulation of self-consolidating concrete flow as a heterogeneous material in L-Box set-up: coupled effect of

- reinforcing bars and aggregate content on flow characteristics, *Mater. Struct.* 50 (2017) 163.
- [72] M. Hosseinpour, K.H. Khayat, A. Yahia, Numerical simulation of dynamic segregation of self-consolidating concrete (SCC) in T-box set-up, *Computers and Concrete*, 20 (3) (2017) 297-310.
- [73] M. Hosseinpour, K.H. Khayat, A. Yahia, Numerical simulation of self-consolidating concrete flow as a heterogeneous material in L-Box set-up: effect of rheological parameters on flow performance, *Cement Concr. Compos.* 83 (2017) 290-307.
- [74] M. Hosseinpour, A. Yahia, K.H. Khayat, Modeling of flow performance of self-consolidating concrete using Dam Break Theory and computational fluid dynamics, *Cement Concr. Compos.* 102 (2019) 14-27.
- [75] I. Orlanski, A simple boundary condition for unbounded hyperbolic flows, *Journal of computational physics*, 21 (1976) 251-269.
- [76] Y. Vanhove, C. Djelal, Friction mechanisms of fresh concrete under pressure, *Int. J. Civil. Eng. Tech. (IJCIET)* 4 (6) (2013) 67-81.
- [77] RILEM State of the Art Report, Technical committee 222-SCF, Simulation of fresh concrete flow, 147 pages, Published: April 2014, Imprint: Springer, ISBN 978-94-017-8883-0.
- [78] T. Wagner, H.-G. Lipinski, An ImageJ library for connected component analysis and shape analysis, *Journal of Open Research Software* 1(1) (2013) p.e6.  
<http://doi.org/10.5334/jors.ae>

**Chapitre 5 :      Effet de la viscosité et du régime  
de cisaillement sur la stabilité du  
réseau de bulles d'air dans le béton  
autoplaçant utilisant la méthode de  
Taguchi**

**Effect of viscosity and shear  
regime on the stability of air-void  
system in self-consolidating  
concrete using Taguchi method**

**Auteurs et affiliations**

Toufik Fantous : Candidat au doctorat, Département de Génie Civil, Université de Sherbrooke, 2500, Boulevard de l'Université, Sherbrooke (QC), J1K 2R1, Canada.

Ammar Yahia : Professeur associé, Département de Génie Civil, Université de Sherbrooke, 2500, Boulevard de l'Université, Sherbrooke (QC), J1K 2R1, Canada.

**Titre du journal :** Journal Cement and Concrete Composite (CCC) – Elsevier

**Statut :** Soumis le 28 octobre 2019

**Référence :** T. Fantous, A. Yahia, (2019). Effect of viscosity and shear regime on the stability of air-void system in self-consolidating concrete using Taguchi method, CCC-D-19-00107

## 5.1 Résumé

Dans le béton autoplaçant (BAP), l'obtention de caractéristiques du réseau de bulles d'air (RBA) appropriées peut s'avérer une tâche difficile, en raison de divers facteurs d'influence, notamment la rhéologie et l'historique mémorisé par le béton lors de son cisaillement. L'influence de la viscosité et du régime de cisaillement sur le RBA de différents mélanges de BAP a été évaluée à l'aide de la méthode de Taguchi. Les mélanges étudiés ont été dosés avec diverses combinaisons de réducteurs d'eau (SP) et d'agent de viscosité (AV). Trois différents régimes de cisaillement, correspondant à statique, semi-statique et dynamique ont été évalués. Ces régimes simulent respectivement le béton au repos, au transport et lorsque celui-ci est coulé. Les caractéristiques du RBA ont été testés immédiatement après les travaux de malaxage et jusqu'à 60 minutes après le premier contact eau-liant, et ce, en employant les méthodes d'essai ASTM C231 et AVA. Les résultats ont montré que la viscosité et le régime de cisaillement sont des facteurs déterminants pour le RBA. Les mélanges à viscosité élevée ont présenté une meilleure stabilité des bulles d'air et du facteur d'espacement, quel que soit le régime de cisaillement. La taille maximale des granulats a présenté la contribution la plus faible. Le niveau optimal des facteurs de contrôle permettant de minimiser la variation du volume d'air (jusqu'à 60 minutes) et le facteur d'espacement sont quantifiés. Il s'agit, par ordre d'importance, du régime de cisaillement (Niveau 1, c-à-d mode statique) et de la viscosité du mélange (Niveau 3, viscosité élevée). Dans ces conditions, une fraction d'air efficace élevée est obtenue. La fraction efficace des bulles d'air est plus élevée dans les BAP à viscosité élevée que dans les mélanges à faible viscosité. De plus, les réductions maximales de la teneur en air après 60 minutes d'âge ont été observées lorsque la viscosité est faible.

## 5.2 Abstract

Achieving suitable air-void characteristics in self-consolidating concrete (SCC) can be a difficult task due to the various influencing factors, including rheology and shear history. The effect of viscosity and shear regime on air-void system (AVS) of different SCC mixtures was evaluated using Taguchi method. The investigated SCC mixtures were proportioned with various high-range water-reducer (HRWR) and viscosity modifying admixture (VMA of

Welan-Gum type) combinations. Three different shear regimes, corresponding to static, semi-static, and dynamic were evaluated. These regimes simulate the concrete at rest, transportation, and casting processes, respectively. The characteristics of AVS were investigated immediately after mixing and up to 60 min after the first contact between water and binder using the ASTM C231 and AVA test methods. Test result showed that viscosity and shear rate regime are key factor affecting the AVS in SCC. High viscosity SCC mixtures exhibited better stability of air bubbles and spacing factor, regardless of the shear regime. The maximum size of aggregate showed the lowest contribution. The optimum level of control factors to minimize the variation in air volume (up to 60 min) and spacing factor are quantified. This consists, by order of importance, the shear regime (Level 1, i.e. static mode) and viscosity of mixture (Level 3, high viscosity). Under these conditions, a high effective air fraction is obtained. The effective fraction of air bubbles is greater in high viscosity SCC compared to that of low viscosity mixtures. Moreover, the maximum drops in air content after 60 min of age was observed with low viscosity SCC.

## **Keywords**

Air characteristics; Rheology; Self-consolidating concrete; Shear modes; Taguchi method; Viscosity-modifying agent

## **5.3 Introduction**

Self-consolidating concrete (SCC) is highly workable concrete designed to spread into place, fill the formwork, and encapsulate the reinforcement under its own weight without vibration [1]. SCC is characterized by its low yield stress compared to conventional concrete to allow better deformability and filling capacity. Rheology of SCC influences the most important properties of SCC, such as ease of mixing, handling and transportation, consolidation, and finishing [2-4] and air volume generated during mixing. SCC exhibits complex rheological behavior affected by several physical and chemical factors, including the solid concentration, type and dosage of high-range water-reducer (HRWR), presence of viscosity-modifying admixture (VMA), cement characteristics, and shear history. In general, the mixing action can have a double effect on the air bubbles in concrete, either generating air bubbles and knocks them out. For example, the use



of sharp mixer blades leads to a better mixing and tumbling action, hence more air-bubbles can be generated. On the other hand, the air content in fresh concrete can increase or decrease during handling, placing, and consolidation, but most changes occur on the coarser bubbles.

Because of the frost durability requirements, desirable air bubbles generated during mixing of concrete should be stabilized using an air-entraining admixture (AEA). The presence of surfactant reduces the surface tension of water, hence preventing the larger bubbles to merge and collapse. Also, admixtures affect the rheology and modify the surface of the cement grains, hence improving stability of the air-bubbles by providing attachment sites and forming bridge between them. Achieving stable air-void system (AVS) in SCC can be a difficult task due to the easier movement of air bubbles, which promote their coalescence and rupturing, and other affecting factors, including the presence of admixtures, rheology of the mixture, and the shear regime induced during mixing, transportation, and casting processes. The rheological properties influence the quality and stability of AVS necessary to ensure adequate frozen durability of concrete [5-18]. For example, handling air-entrained SCC containing high-range water-reducer (HRWR) is critical, because HRWR can destabilize the entrained-air bubbles during mixing and transport without any significant variation of the total air content. However, recent results from Łaźniewska-Piekarczyk [19] indicate that most organic chemical admixtures, such as superplasticizer, can enhance air entrainment by reducing the absorption of AEA molecules on the solid surface [20, 21]. This resulted in higher spacing factor and lower specific surface area of the air void system.

Higher workability increases the air content, because of better blending action and capture of air bubbles in the mixture. However, the air bubbles are unstable in low viscosity and yield stress mixtures. Lower air contents were obtained in the case of low yield stress concrete [17]. This is due to the rise of air bubbles under the effect of the dominant lift force [17]. This can also be due to the viscous hydrodynamic forces that contribute to uniformly distribute the particles in the fluid [2], hence pushing particles away from each other, including air bubbles, to avoid their coalescence and ensure a certain balance and homogeneity. Thermodynamically speaking, air bubbles tend to gather and minimize their individual surface energies, and eventually merge to form even larger bubbles [22]. On the other hand, segregation of SCC is a major problem in

maintaining adequate AVS. Cohesion and stability of the concrete are greatly increased in the presence of the VMA [23, 24]. Indeed, the use of VMA increases the viscosity, prevent separation of material constituents, and enhance cohesion of the mixture by adhering to the periphery of water molecules, thus fixing part of the free mixing water.

The behavior of air bubbles in SCC is controlled by the viscous force. The diffusivity of the air bubbles in concrete can be reduced or even stopped with the increase in viscosity [25]. The increase of viscosity can significantly reduce the movement of air bubbles and prevent their coalescence and/or rising [3, 4, 23-33]. In the case of high viscosity, the friction force is higher enough to exceed the lift force, thus preventing the air bubbles to escape when the concrete is at rest. On the other hand, the viscous force can slow or even stop the movement of air bubbles when the concrete is sheared [34]. In both situations, the coalescence and rising of the air bubbles take place whenever the resulting forces are higher than the viscous ones [35, 36]. However, SCC containing VMA will necessitate higher dosage of HRWR to compensate for the increase in viscosity. Higher AEA dosage may also be required in the presence of VMA [37, 38]. The HRWR-VMA combination and dosages influence the AVS in SCC [19], which can also be affected by its interaction with the AEAs.

Although viscosity ensure better stability of air bubbles in concrete, high viscosity can, however, increase the entrapped air voids, thus results in excessive air contents [39]. In such case, the mixing energy, i.e. shear regime, is critical because it can induce considerable variation in the characteristics of air-bubbles. Indeed, under shear induced during handling, placing, consolidating, and finishing, additional air bubbles can be deformed, trapped or lost in the fresh concrete depending on the rheology of the matrix. These unpredictable changes will affect the AVS of hardened concrete and its frost resistance. For example, when concrete is subject to high shear-regime, large air-bubbles can form, hence increasing the total air volume. The increase of the air-bubble diameters will result in higher rise velocity [40]. Furthermore, the rise speed of air-bubbles, which is inversely proportional to the viscosity of the fluid, increases in the case of low viscosity mixtures [41]. Therefore, an adequate rheology is needed given the applied shear-regimes to ensure good air stability. Good stability of AVS consists in ensuring adequate number and volume of closely spaced, microscopic air voids necessary for good frost resistance.

The main objective of this investigation is to evaluate the effect of viscosity and shear regime and to identify the optimum level of control factors to achieve the targeted characteristics of air-void system in SCC using Taguchi method. The investigated SCC mixtures were proportioned with a fixed water-binder ratio (w/b) of 0.385, various high-range water-reducer (HRWR) combinations and viscosity-modifying admixture combinations to achieve three different viscosity values, corresponding to low, moderate, and high. Different shear modes, including static, quasi-static, and dynamic were investigated. The characteristics of air bubbles, including the total air content and its variation with time (60 min), spacing factors, specific surfaces, and the effective fraction of air bubbles were evaluated using the ASTM C231 and air-void analyzer (AVA) test methods. All the investigated mixtures were proportioned to achieve a fixed slump flow  $680 \pm 30$  mm and an air content of 5 to 8%.

## 5.4 Taguchi method

Taguchi method is a powerful design used in various engineering analysis to identify the significant factors and optimum conditions, while reducing the number of experiments and minimizing the effects of uncontrolled factors. This method is based on orthogonal array and uses a loss function, which is converted into a signal-noise (S/N) ratio to calculate the deviation between the actual experimental values and the desired ones. A Taguchi array is an orthogonal design in which for each level of a tested parameter, all L levels of each of the (P-1) other parameters are tested at least once [42]. This type of arrays is best and most common type of Taguchi design used for analysis whenever time and cost permit (i.e. full design). The Taguchi arrays for the design of experiments is chosen based on the targeted accuracy. For example, in the case of two factors of 3 levels of each and one two-levels factor, an 18-run array ( $2^1 \times 3^2$ ) is more desirable, because for each level, all three levels of the other parameters are tested. The investigated factors and their levels are summarized in Table 5.1.

Table 5. 1. Investigated factors and corresponding levels

Factors	Levels		
	1	2	3
Viscosity level	Low	Moderate	High
Shear regime	Static	Semi-static	Dynamic
Maximum size of aggregate (mm)	14	20	--

The required number of experiments required to carry out a L<sub>18</sub> orthogonal Taguchi array are summarized in Table 5.2.

Table 5. 2. L<sub>18</sub> (2<sup>1</sup> x 3<sup>2</sup>) Taguchi orthogonal array of experiments

N. of experiment	Maximum size of aggregate, $\phi_{max}$ (mm)	Viscosity, T50 (sec)	Shear regime
1	1	1	1
2	1	2	1
3	1	3	1
4	1	1	2
5	1	2	2
6	1	3	2
7	1	1	3
8	1	2	3
9	1	3	3
10	2	1	1
11	2	2	1
12	2	3	1
13	2	1	2
14	2	2	2
15	2	3	2
16	2	1	3
17	2	2	3
18	2	3	3

The analysis of the S/N ratio is mainly based on three statistics characteristics, namely the lower-the-better, the higher-the-better, and the nominal-the-best. The three kind of performance characteristics are given in Eqs. 1-3.

$$\text{Larger-the-Better: } \frac{S}{N} = -10 \log_{10} \sum_{i=1}^n y_{ij}^2 \quad (5.1)$$

$$\text{Smaller-the-Better: } \frac{S}{N} = -10 \log_{10} \sum_{i=1}^n \frac{1}{y_{ij}^2} \quad (5.2)$$

Nominal-the-Better: 
$$\frac{S}{N} = -10 \log_{10} \sum_{i=1}^n (y_{ij} - m)^2 \quad (5.3)$$

Where,  $y_{ij}$  are the experimental measurements for the investigation responses and  $n$  is the number of repetitions of a given measurement. The smaller-the-better S/N characteristics is used in the case of the variation of air content (up to 60 min) and spacing factor. On the other hand, the larger-the-better S/N characteristics is used in the case of effective air fraction  $A_{300}$ , i.e. air bubbles lower than 300  $\mu\text{m}$ .

## 5.5 Experimental program

### 5.1.1 Materials and mixing procedures

The investigated SCC mixtures were systematically formulated using a commercially available ternary cement (TerC<sup>3</sup>) containing 75% general use cement (GU), 20% fly ash (FA), and 5% silica fume (SF). The mixtures were proportioned using a water-to-binder ratio (w/b) of 0.385, a binder content between 420 and 445  $\text{kg/m}^3$  to secure a paste volume of 37%. The mixture parameters, including HRWR and AEA dosages, were adjusted to achieve a targeted slump flow of  $680 \pm 30$  mm and air content of 5 to 8%. A polynaphtalene-based (PNS) is used as a high-range water-reducer. The PNS has a solid content and specific gravity of 42% and 1.21, respectively. On the other hand, a compatible synthetic AEA was used at an optimum dosage to secure a proper air-void of the investigated mixtures. Two different gradings of crushed limestone aggregate with nominal particle sizes of 10, 14, and 20 mm were used. Their bulk specific gravities are 2.70, 2.72, and 2.73, respectively. On the other hand, a well-graded siliceous sand with specific gravity of 2.65 and finesse modulus of 2.38, respectively, was used. Three particle-size distributions of aggregate were within CSA Standard A23.1 recommendation.

The concrete mixtures were mixed in batches of 40 liters in an open-pan mixer. The mixing sequence consisted of homogenizing the coarse aggregate and sand for 1 minute before introducing 1/3 of the mixing water. The remaining water along with the HRWR, AEA, and VMA were introduced and then concrete was mixed for an additional 2 minutes. At the end of

mixing, all the investigated mixtures showed a temperature of  $22 \pm 2^\circ\text{C}$ . Immediately after mixing, the initial air volume and characteristics of the AVS were determined. These values are used for comparison purposes with those determined at 30 and 60 min of time.

### 5.1.2 Shear regimes and air-characteristics

The characteristics of air-void system were evaluated on SCC mixtures subject to three different shear regimes, corresponding to static, semi-static, and dynamic modes. These modes simulate rest conditions in the formwork, transport, and casting processes. In the case of static regime, the mixtures were kept in non-absorbent containers that are covered to avoid evaporation and placed on horizontal and vibration-free conditions (Fig. 5.1).



Figure 5. 1. Sample of concrete under at static mode (i.e. at rest)

In the case of semi-static mode, the concrete was kept in the mixer rotating at 4 rpm. On the other hand, the dynamic mode was simulated using a tribometer and applying a constant rotation shear of 0.9 rps. The dynamic mode can simulate pumping conditions, in which relatively high shear can be generated. The tribometer is usually used to study the formation of boundary layer produced during pumping [43]. The used shearing protocol consists in applying a shear at a constant speed equal to 0.9 rps for 2.5 min. Under rotational velocity, friction and shear allow the formation of one or more eccentric layers depending on the dissipation of shear energy (Fig. 5.2).

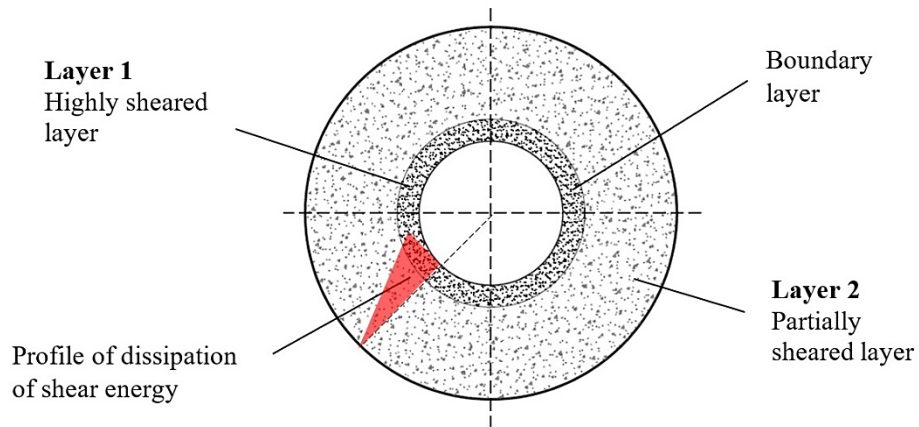


Figure 5. 2. Layers formed in the tribometer test

The air content, spacing factor, and specific surface measurements were conducted immediately after mixing (0 min), 30 min, and 60 min of age using two different test methods, including the pressure-meter ASTM C231 and AVA. In the case of dynamic mode, samples were taken at different locations of the center of the formed layers (Fig. 5.3). Two possible situations can be observed, depending on the profile of the shear energy. For example, in the case of partial shear, i.e. formation of two distinct layers, sampling was done at two different locations A and B, as shown in Fig. 5.3-a. However, when the concrete is completely sheared along the gap in tribometer, the sampling was done at location C (Fig. 5.3-b). It is worthy to mention that for all the investigated SCC mixtures, only one layer was formed under the shear regime used in this investigation.

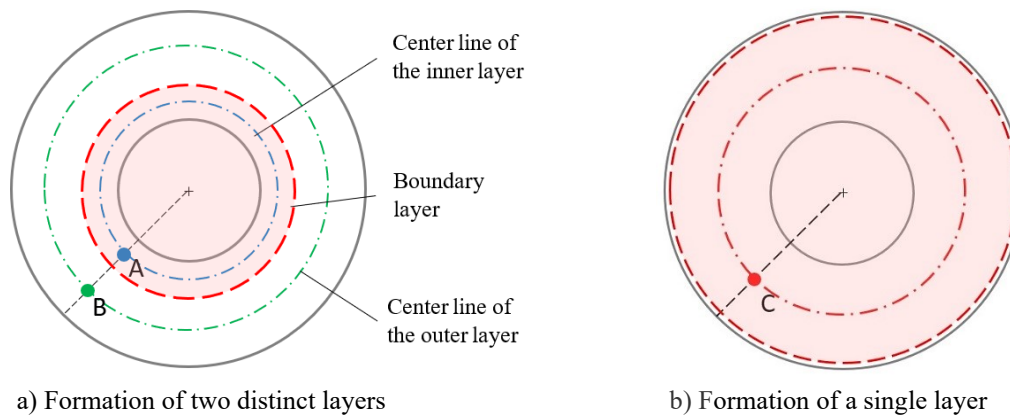


Figure 5. 3. Identification of sampling locations A, B, and C for the AVA-3000 measurements

### 5.1.3 Mixture proportioning

The SCC mixtures were proportioned using two different coarse aggregate having nominal particle sizes of 14 and 20 mm, paste volume of approximately 37%, and sand-to-aggregate ratio of 0.49, by volume. The use of 14- and 20-mm coarse aggregate aims to simulate SCC for repair and SCC for infrastructures, respectively [1]. For each SCC mixture, the dosage of VMA is incorporated in combination with an optimum dosage of HRWR to secure low, moderate, and high viscosity, while maintaining the initial slump flow value of  $680 \pm 30$  mm. Furthermore, the AEA dosages were optimized to achieve an initial air content between 5 and 8%. The viscosity was evaluated using the T50 flow time [1]. The low viscosity SCC mixtures have T50 values lower than 2.5 s. On the other hand, the moderate viscosity SCC have T50 values between 3.5 and 4.5 s, while the high viscosity SCC mixtures have T50 viscosity higher than 5 s [1]. A comparison between low and high viscosity SCC is shown in Fig. 5.4. The mixtures proportions of the investigated SCC are summarized in Table 5.3.



Low viscosity SCC

High viscosity SCC

Figure 5. 4. Comparison of concrete behavior between low and high viscosity



Table 5. 3. Mixture proportioning of the SCC prepared to run the L18 Taguchi array

N. of experiment		Paste/Sand ratio	Admixtures (ml/100 kg of binder)			Aggregate (kg/m³)			Controlled factors										
			HRWR	AEA	VMA	10 mm	14 mm	20 mm	ϕ <sub>max</sub> (mm)	Viscosity, T50 (s)	Shear								
1	SCC 1	1.09	1756	48	--	341	554		14	≤ 2.5	Static								
2	SCC 7		1577							3.5 to 4.5									
3	SCC 13		2976							≥ 5									
4	SCC 2		1726	48	--					341	554		14	≤ 2.5	Semi-static				
5	SCC 8		1607											3.5 to 4.5					
6	SCC 14		3274											≥ 5					
7	SCC 3		1696	48	--									341	554		14	≤ 2.5	Dynamic
8	SCC 9		1607															3.5 to 4.5	
9	SCC 15		3274															≥ 5	
10	SCC 4	1.18	1685	45	--	96	498	276	20									≤ 2.5	Static
11	SCC 10		1517															3.5 to 4.5	
12	SCC 16		2809															≥ 5	
13	SCC 5		1685	45	--					96	498	276	20					≤ 2.5	Semi-static
14	SCC 11		1517															3.5 to 4.5	
15	SCC 17		3090															≥ 5	
16	SCC 6		1742	45	--									96	498	276	20	≤ 2.5	Dynamic
17	SCC 12		1545															3.5 to 4.5	
18	SCC 18		3090															≥ 5	

## 5.6 Analysis of experimental results

The air contents and characteristics of air-void system of the investigated SCC mixtures are summarized in Tables 5.4. On the other hand, the results of depended parameters (i.e. modeled responses) and corresponding S/N ratio values are summarized in Table 5.5. As mentioned in the previous section, the air content was determined using the ASTM C231 method. On the other hand, the characteristics of AVS were determined using the AVA test.

### 5.6.1 Analysis of the signal-to-noise (S/N) ratio

The investigated properties (i.e. modeled responses) were determined for each SCC mixture based on the L<sub>18</sub> full design Taguchi array. The effect of the control factors was evaluated using the signal-to-noise (S/N) ratios. The lowest values of air variation ( $\Delta$ Air) and spacing factor ( $\bar{L}$ ) are important criteria for air stability in SCC as functions of viscosity of the mixture and the applied shear mode. On the other hand, the highest fraction of air bubbles lower than 300  $\mu$ m is a targeted response for durability purposes. For these reasons, the smaller-the-better statistic

performances (Eq. 2) were used for the calculation of S/N ratios in the case of  $\Delta\text{Air}$  and  $\bar{L}$  properties, respectively, and the higher-the-better S/N ratios (Eq. 1) was used in the case of  $A_{300}$ . The measured properties and the corresponding calculated S/N ratios are summarized in Table 5.6. The calculated average values of  $\Delta\text{Air}$ ,  $\bar{L}$ , and  $A_{300}$  properties are 2.29 %, 314.1  $\mu\text{m}$ , and 36 %, respectively.

Table 5. 4. Air contents results of the investigated SCC mixtures (ASTM C231)

	Air (%) - ASTM C231					
	0 min	30 min		60 min		2.5 min
		Static	Semi-static	Static	Semi-static	Dynamic
SCC 1	6.7	4.8	--	4.4	--	--
SCC 2	5.5	--	3.5	--	2.8	--
SCC 3	7.0	--	--	--	--	3.5
SCC 4	5.4	3.8	--	3.5	--	--
SCC 5	4.6	--	2.8	--	2.0	--
SCC 6	5.0	--	--	--	--	2.1
SCC 7	7.0	5.9	--	5.3	--	--
SCC 8	5.6	--	4.0	--	3.1	--
SCC 9	7.5	--	--	--	--	4.3
SCC 10	5.7	4.5	--	4.0	--	--
SCC 11	4.7	--	3.2	--	2.5	--
SCC 12	5.3	--	--	--	--	2.8
SCC 13	8.5	7.9	--	7.0	--	--
SCC 14	8.5	--	7.4	--	6.6	--
SCC 15	7.6	--	--	--	--	5.1
SCC 16	8.0	7.4	--	6.5	--	--
SCC 17	8.0	--	6.8	--	6.1	--
SCC 18	6.4	--	--	--	--	4.2

Table 5. 5. Characteristics of air-void system of the investigated SCC mixtures (AVA-3000)

	AVA															
	0 min				Static (60 min)				Semi-static (60 min)				Dynamic (2.5 min)			
	Air <sub>2000</sub> (%)	Air <sub>300</sub> (%)	$\bar{L}$ (mm)	$\alpha$ (mm <sup>-1</sup> )	Air <sub>2000</sub> (%)	Air <sub>300</sub> (%)	$\bar{L}$ (mm)	$\alpha$ (mm <sup>-1</sup> )	Air <sub>2000</sub> (%)	Air <sub>300</sub> (%)	$\bar{L}$ (mm)	$\alpha$ (mm <sup>-1</sup> )	Air <sub>2000</sub> (%)	Air <sub>300</sub> (%)	$\bar{L}$ (mm)	$\alpha$ (mm <sup>-1</sup> )
SCC 1	5.3	2.4	0.125	30.2	1.5	0.3	0.203	20.1	--	--	--	--	--	--	--	--
SCC 2	4.5	1.9	0.139	30.3	--	--	--	--	1.3	0.2	0.282	15.4	--	--	--	--
SCC 3	4.7	2.0	0.135	30.7	--	--	--	--	--	--	--	--	1.6	0.1	0.601	7.1
SCC 4	4.5	1.9	0.147	26.4	1.1	0.2	0.246	17.2	--	--	--	--	--	--	--	--
SCC 5	4.2	1.7	0.165	25.1	--	--	--	--	1.0	0.1	0.344	11.1	--	--	--	--
SCC 6	4.7	2.0	0.140	29.8	--	--	--	--	--	--	--	--	1.1	0.0	0.697	5.7
SCC 7	5.1	3.1	0.129	34.8	3.0	1.5	0.219	19.6	--	--	--	--	--	--	--	--
SCC 8	4.4	2.6	0.147	28.2	--	--	--	--	2.8	1.1	0.303	14.0	--	--	--	--
SCC 9	5.5	2.9	0.109	36.7	--	--	--	--	--	--	--	--	2.2	0.7	0.374	16.6
SCC 10	5.1	2.9	0.111	37.5	2.7	1.2	0.202	20.0	--	--	--	--	--	--	--	--
SCC 11	4.3	2.4	0.156	26.4	--	--	--	--	2.1	0.7	0.328	10.3	--	--	--	--
SCC 12	4.0	2.2	0.124	31.5	--	--	--	--	--	--	--	--	1.8	0.5	0.481	14.3
SCC 13	5.6	4.1	0.086	44.1	4.2	2.8	0.117	36.4	--	--	--	--	--	--	--	--
SCC 14	5.6	4.0	0.095	43.2	--	--	--	--	4.0	2.5	0.171	28.9	--	--	--	--
SCC 15	5.2	3.7	0.103	38.3	--	--	--	--	--	--	--	--	3.0	1.7	0.271	28.9
SCC 16	5.4	3.7	0.116	40.7	3.6	2.1	0.243	29.7	--	--	--	--	--	--	--	--
SCC 17	4.4	2.9	0.122	33.6	--	--	--	--	2.7	1.5	0.229	22.2	--	--	--	--
SCC 18	4.1	2.8	0.117	34.8	--	--	--	--	--	--	--	--	2.8	1.4	0.342	24.9

Table 5. 6. Results of experiments and calculated S/N ratios

No. Of Experiment	Air content		Spacing factor		Air bubbles $\leq 300 \mu\text{m}$	
	$\Delta\text{Air after 60 min (\%)}$	S/N $\Delta A_{60}$	$\bar{L}$ after 60 min ( $\mu\text{m}$ )	S/N $\bar{L}$ (60 min)	$A_{300}$ after 60 min (%)	S/N $A_{300}$ (60 min)
1	2.3	7.235	203	46.150	20.0	26.021
2	1.7	4.609	219	46.809	50.0	33.979
3	1.5	3.522	117	41.364	66.7	36.483
4	2.7	8.627	282	49.005	15.4	23.750
5	2.5	7.959	303	49.629	39.3	31.888
6	1.9	5.575	171	44.660	62.5	35.918
7	3.5	10.881	601	55.577	6.3	15.987
8	3.2	10.103	374	51.457	31.8	30.049
9	2.5	7.959	271	48.659	56.7	35.072
10	1.9	5.575	246	47.819	18.2	25.201
11	1.7	4.609	202	46.107	44.4	32.948
12	1.5	3.522	243	47.712	58.3	35.313
13	2.6	8.299	344	50.731	10.0	20.000
14	2.2	6.848	328	50.317	33.3	30.449
15	1.9	5.575	229	47.197	55.6	34.901
16	2.9	9.248	697	56.865	0.9	-0.915
17	2.5	7.959	481	53.643	27.8	28.881
18	2.2	6.848	342	50.681	50.0	33.979
Average value	2.29	6.942	314.1	49.132	36	28.328

The S/N values calculated to identify the effect of each control factor (viscosity, shear mode,  $\phi_{\max}$ ) on the variation of air volume, spacing factor, and the effective fraction of air bubbles are summarized in Table 5.7.

Table 5. 7. The S/N values for the  $\Delta\text{air}$  content, spacing factor, and  $A_{300}$  modeled properties

		$\phi_{\max}$	Viscosity	Shear regime
Air content	Level 1	7.386	8.311	4.845*
	Level 2	6.498*	7.015	7.147
	Level 3	-	5.500*	8.833
	Delta	0.887	2.811	1.686
Spacing factor	Level 1	48.146*	51.024	45.993*
	Level 2	50.119	49.660	48.590
	Level 3	-	46.712*	52.814
	Delta	1.973	4.312	6.820
$A_{300}$	Level 1	29.905*	18.341	31.657*
	Level 2	26.751	31.366	29.484
	Level 3	--	35.278*	23.842
	Delta	3.154	16.937	7.815

\* Optimum levels of control factors

These values are determined using the Taguchi technic and can help identifying the optimum level of control factors to achieve the targeted properties. The level values of the investigated control factors on the modeled properties ( $\Delta\text{Air}_{60}$ ,  $\bar{L}$ ,  $A_{300}$ ) in Table 5.7 are also presented in Fig. 5.5.

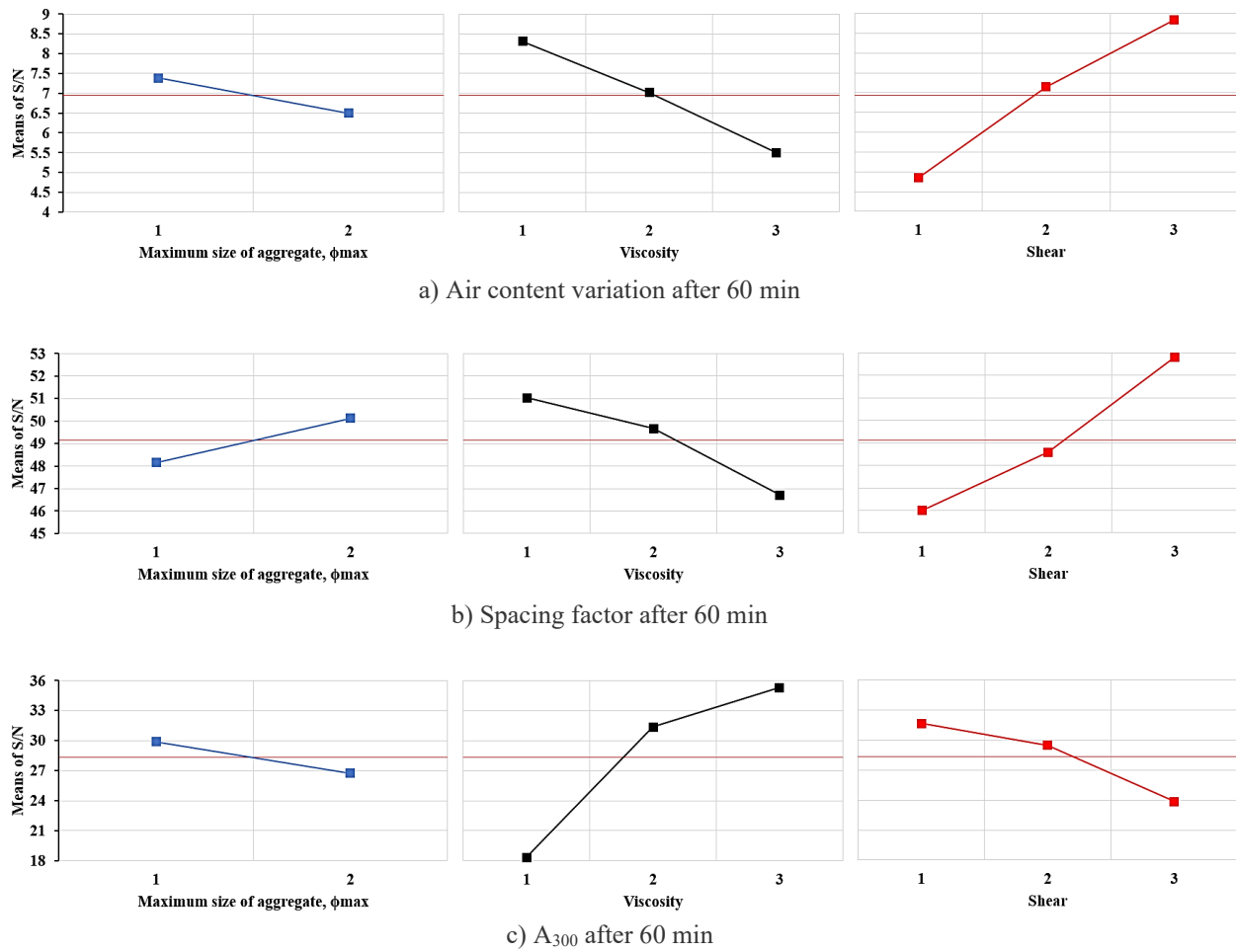


Figure 5. 5. Effect of control factors on average S/N ratios for the investigated properties

The best level for each control factor can be identified by the value of S/N ratio according to the static performance of that control factor. As can be observed, the optimum level of control factors (i.e. lowest S/N value) to minimize the variation in air volume (up to 60 min) and spacing factor are, by order of importance, the shear regime (Level 1, i.e. static mode), viscosity of mixture (Level 3, high viscosity), and the maximum size of aggregate  $\phi_{\max}$  (Level 2, i.e. 20 mm). It is worthy to mention that the effect of maximum size of aggregate on the variation of air content and spacing factor is relatively lower than the effect of shear regime and viscosity.

Similarly, the levels and S/N ratios for the control factors to secure a maximum fraction of air bubbles lower than 300  $\mu\text{m}$  (i.e.  $A_{300}$ ) are the viscosity (Level 3, high viscosity) and shear regime (Level 1, static mode). The maximum size of aggregate seems to have limited contribution on  $A_{300}$ . This can be due to the packing density or to the slightly difference in the paste volume in both cases.

## 5.6.2 ANOVA Analysis

ANOVA analysis is carried out to identify the most significant control factor on the modeled response and determine the interactions between control factors considered in the design. The obtained results using ANOVA analysis for the modeled responses are summarized in Table 5.8. This analysis was carried out considering a 95% confidence level. The significance of control factors in ANOVA is determined by comparing the F values of each control factor. On the other hand, the contribution of each control factor on the modeled response can be determined (the last column in the Table 5.8). ANOVA was used to analyze the effects of maximum size of aggregate (Factor A), viscosity (Factor B), and shear mode (Factor C) on the modeled responses, variation of air content, spacing factor, and  $A_{300}$ .

Table 5. 8. Results of ANOVA for  $\Delta\text{air}$  content, spacing factor and  $A_{300}$

	Variance source	Degree of freedom (DoF)	Sum of squares (SS)	Mean square (MS)	F ratio	Contribution rate (%)
<b><math>\Delta\text{air}</math> content after 60 min</b>	<b>A</b>	1	5.158	5.158	12.17	<b>31.49*</b>
	<b>B</b>	2	3.863	1.932	4.56	<b>23.58*</b>
	<b>C</b>	2	2.273	1.137	2.68	13.88
	Error	12	5.087	0.424	-	31.05
	Total	17	16.382	-	-	100
<b>Spacing factor</b>	<b>A</b>	1	357,345.6	357,345.6	13.78	<b>31.73*</b>
	<b>B</b>	2	291,997.2	145,998.6	5.63	<b>25.92*</b>
	<b>C</b>	2	165,930.8	82,965.4	3.20	14.73
	Error	12	311,103.3	25,925.3	-	27.62
	Total	17	1,126,376.8	-	-	100
<b><math>A_{300}</math></b>	<b>A</b>	1	7,167.59	7,167.59	11.88	<b>32.70*</b>
	<b>B</b>	2	791.3	395.65	0.66	3.61
	<b>C</b>	2	6,718.14	3,359.07	5.57	<b>30.65*</b>
	Error	12	7,241.31	603.44	-	33.04
	Total	17	21,918.34	-	-	100

\* The most influent factor

As can be observed, the contributions of control factors A, B, and C on the variation of air content are 31.5, 23.6, and 13.9%, respectively. In the case of spacing factor, the contribution effect of these factors is 31.7, 25.9, and 14.7%, respectively. These results revealed that the maximum size of aggregate and viscosity are the most influencing factors on the air stability in SCC and the spacing factor. The shear mode showed comparatively lower influence on the stability of AVS. In the case of  $A_{300}$  response, the maximum size of aggregate and the shear mode are the most influencing factors, while the viscosity showed marginal effect. In addition, the inter-group interactions (Error) showed significant effect on the modeled responses. The observed results confirm the strong interaction between these factors and the complexity in identifying the sole effect of each factor when studying the stability of AVS.

### 5.6.3 Effect of controlled parameters on modeled responses

The characteristics of air-void system, air content, spacing factor, and  $A_{300}$  vary according to several influencing factors, including rheology, nominal size of aggregates, as well as the applied shear mode. The effects of control factors obtained using Taguchi technic (Table 5.6 and Fig. 5.5) are consistent with the experimental observations. Indeed, as can be observed in Fig. 5.6, higher variation of the air content was observed in the case of low viscosity mixture subjected to dynamic shear mode. For example, the variation of air content measured on SCC 3 and SCC 6 mixtures (low viscosity) under dynamic mode are 3.5 and 2.9%, respectively. In the case of high viscous SCC 15 and SCC 18 mixtures, these variations are limited to 2.5 and 2.2%, respectively. In the case of SCC 1 and SCC 4 mixtures (low viscosity), these variations under static mode are 2.3 and 1.9%, respectively. In the case of high viscous mixtures (SCC 13 and SCC 16), the variation is limited to 1.5%. This reflect the strong interaction observed between the control factor in ANOVA analysis.

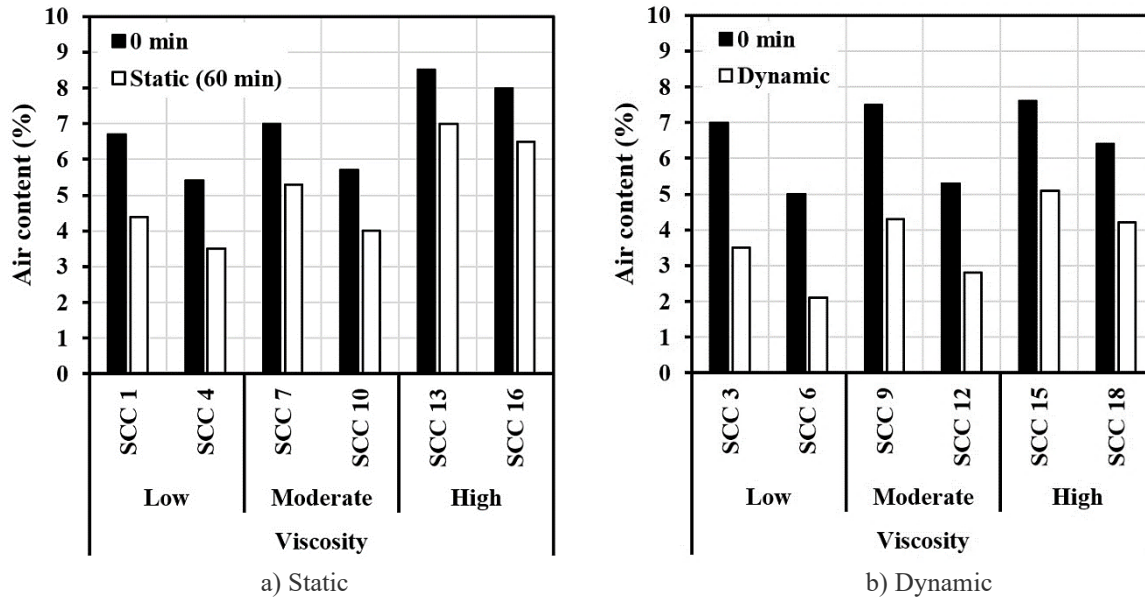


Figure 5. 6. Influence of viscosity and shear regime on air contents

Based on the experimental test results, higher spacing factor values were obtained in the case of low viscosity SCC mixtures subject of dynamic shear regime (Fig. 5.7). The spacing factor values of low, moderate, and high viscosity mixtures were 0.125-0.165, 0.109-0.156, and 0.086-0.122  $\mu\text{m}$ , respectively. These ranges increased to 0.601-0.697, 0.374-0.481, and 0.271-0.342  $\mu\text{m}$ , respectively, under dynamic shear. However, the use of higher viscosity mixtures resulted in lower spacing factor values. This reflects the positive effect of viscosity in ensuring better stability of air-bubbles in SCC.



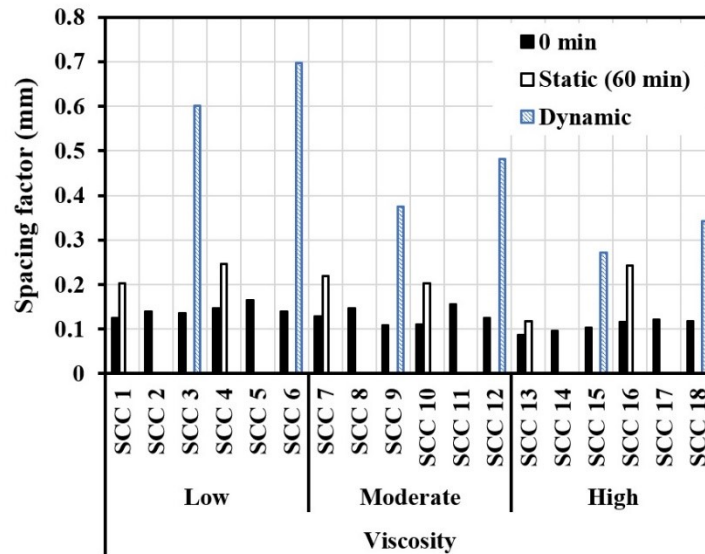
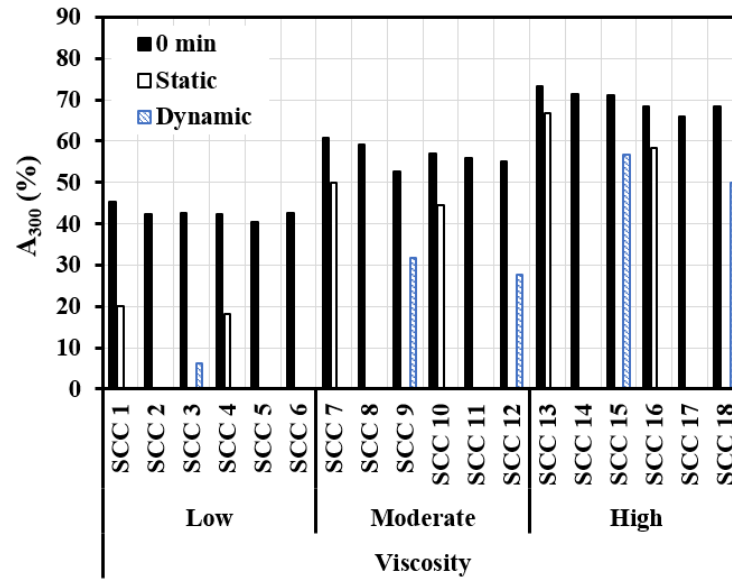
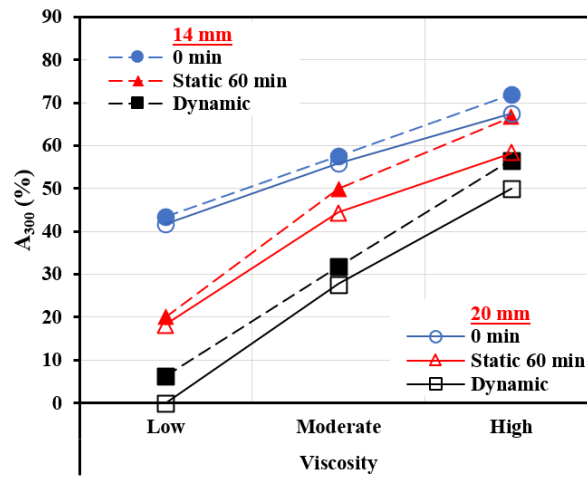


Figure 5. 7. Influence of viscosity on spacing factor

The effectiveness of the air bubbles depends on their sizes. The effective fraction of air bubbles represents those having diameters lower than 300  $\mu\text{m}$ . As summarised in Fig. 5.8, the effective fraction of low viscosity SCC drastically decrease under shear. For example, in the case of SCC 3, the  $A_{300}$  decreased from 43% at static mode to 6.3% when the mixture was subject to high shear regime. In the case of moderate viscosity mixture (SCC 9), the  $A_{300}$  decreased from 53% to 32%. Moreover, in the case of high viscous mixtures (SCC 15), the  $A_{300}$  decreased from 71% to 57%. This confirms that positive effect of viscosity to ensure effective air-bubbles fraction in SCC, regardless of the maximum size of aggregate. The positive effect seems to be relatively higher in the case of 14 mm aggregate than the 20-mm aggregate (slopes in the Fig. 5.8-b). This is expected to secure good frost durability.



a)



b)

Figure 5. 8. Influence of viscosity and shear modes on the effective air fraction

## 5.7 Conclusions

The effect of viscosity, shear regime, and maximum size of coarse aggregate on the stability and characteristics of air-voids was evaluated using a  $L_{18}$  Taguchi orthogonal array. Different levels of viscosity, corresponding to low, moderate, and high, as well shear regime (static, semi-static, and dynamic) were investigated. Based on the results presented in this paper, the following conclusions can be pointed out:

- The air content, spacing factor, specific surface, and effective air-bubbles fraction can be influenced by viscosity and shear modes.
- The viscosity and shear rate regime are key factor affecting the stability of air bubbles in SCC. High viscosity SCC mixtures exhibited better stability of air bubbles and spacing factor, regardless of the shear regime.
- The viscosity and shear mode showed the most important contribution on the air-void characteristics in SCC. The maximum size of aggregate showed the lowest contribution.
- The optimum level of control factors to minimize the variation in air volume (up to 60 min) and spacing factor are quantified. This consists, by order of importance, the shear regime (Level 1, i.e. static mode) and viscosity of mixture (Level 3, high viscosity). Under these conditions, a high effective fraction of air bubbles is obtained.
- High viscous SCC mixtures ensure high stability AVS, regardless of the shear regime. This can ensure less variation of air content with age, low spacing factor, and higher effective fraction.
- The effective fraction of air bubbles depends mainly on the viscosity. Higher effective fraction is observed in the case of high viscous SCC. Lower contribution is observed with the shear regime.

## 5.8 Acknowledgment

The authors wish to thank the financial support of the National Science and Engineering Research Council of Canada (NSERC) and the 8 industrial partners participating in the NSERC Chair on Development of Flowable Concrete with Adapted Rheology and their Application in Concrete Infrastructures, held by Professor Ammar Yahia at the Université de Sherbrooke.

## 5.9 References

- [1] ACI-237, (2007). Self-consolidating concrete, ACI Committee 308 Report, ACI 237R-07, American Concrete Institute, Farmington Hills, MI.
- [2] A. Yahia, S. Mantellato, R.J. Flatt, 2016. Concrete rheology: a basis for understanding chemical admixtures. In: Aïtcin, P.-C., Flatt, R.J. (Eds.), Science and Technology of Concrete Admixtures. Elsevier, (Chapter 7), 97-127.

- [3] C.F. Ferraris, 1999. Measurement of the Rheological Properties of High-Performance Concrete: State of the Art Report, J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol. 104, 461-478.
- [4] C.F. Ferraris, P. Billberg, R. Ferron, D. Feys, J. Hu, S. Kawashima, E. Koehler, M. Sonebi, J. Tanesi, N. Tregger, 2017. Role of Rheology in Achieving Successful Concrete Performance, A contribution from ACI Committee 238, Workability of Fresh Concrete, 39 (6), 43-54.
- [5] G.D. Schutter, P.J.M. Bartos, P. Domone, J. Gibbs, 2008. Self Compacting Concrete, Whittles Publishing, Dunbeath, 296.
- [6] H. Okamura, Ouchi, M., 1998. Self-compacting high-performance concrete, Prog. Struct. Mat. Eng. 1 (4), 378-383.
- [7] H. Okamura, K. Ozawa, 1996. Self-Compacting high-performance Concrete. Structural Engineering International, No. 4.
- [8] H. Okamura, 1999. Self-Compacting high-performance concrete, Social System Institute, Tokyo.
- [9] H. Okamura, 1997. Self-compacting high-performance concrete, Concr. Int. 19 (7), 50-54.
- [10] P.L. Domone, 2006. Self-compacting concrete: an analysis of 11 years of case studies, Cement Concr. Compos. 28, 197-208.
- [11] J. Li, J. Yin, S. Zhou, Y. Li, 2005. Mix proportion calculation method of self-compacting high-performance concrete, in: First International Symposium on Design, Performance and Use of Self-Consolidating SCC'2005-China, Changsha, Hunan, China 26-28 May, 199-205.
- [12] A.J. Gołaszewski, A. Kostrzanowska, 2010. Rheological properties and air content of self-compacting high-performance concrete, Design, Production and Placement of SCC, Ed. Khayat K.H., Montreal, Canada, 26-29 September.
- [13] K.H. Khayat, 2010. Design, Production and Placement of SCC, in: International RILEM Symposium of Self-Compacting Concrete, Montreal, Canada, September 2010, 26-29.
- [14] A. Skarendahl, O. Petersson, Self-Compacting Concrete Proceedings of the first international RILEM symposium, RILEM proceedings 7, Stockholm, 1999.
- [15] O. Wallevik, I. Nielsson, Self-Compacting Concrete Proceedings of the third international RILEM symposium, in: RILEM proceedings PRO 33, Reykjavik, 2003, 1030.
- [16] J. Szwabowski, Influence of three-phase structure on the yield stress of fresh concrete, Rheology of fresh cement and concrete, in: P.F.G. Banfill (Ed.), Proceedings of the International Conference organized by the British Society of Rheology, University of Liverpool, UK 16-29 March 1990. London: E. and F.N. spon, 1991, 241-248.
- [17] A. Kostrzanowska-Siedlarz, J. Gołaszewski, 2015. Rheological properties and the air content in fresh concrete for self compacting high-performance concrete, Elsevier, Construction and Building Materials 94, 555-564.
- [18] M. Pigeon, R. Pleau, 1995. Durability of Concrete in Cold Climates, Chapter 6, 129-153.
- [19] Łaźniewska-Piekarczyk B. The influence of admixtures type on the air-voids parameters of non-air-entrained and air-entrained high performance. Construction Build Mater 2013;41(April):109-124.

- [20] Mather B. Tests of High Range Water Reducing Admixtures, Superplasticizers in Concrete. SP-62, American Concr Institute 1979:15766.
- [21] Saucier F, Pigeon M, Plante P. Air-void stability, part III: field tests of superplasticized concretes. ACI MaterJ 1990;87(1).
- [22] G. Pucci, D.M. Harris, J.W.M. Bush, 2015. Partial coalescence of soap bubbles, *Physics of Fluids* 27, 061704.
- [23] K.H. Khayat, Z. Guizani, 1997. Use of viscosity modifying admixture to enhance stability of fluid concrete. *ACI Mater J*, 94(4), 332-40.
- [24] M. Palacios, R.J. Flatt, 2016. Working mechanism of viscosity-modifying admixtures. In: Aïtcin, P.-C., Flatt, R.J. (Eds.), *Science and Technology of Concrete Admixtures*. Elsevier (Chapter 20), 415-432.
- [25] W. Elkey, D.J. Janssen, K.C. Hover, 1994. Concrete pumping effects on entrained air-voids. Final report to Washington State Transportation Center, 97-112.
- [26] K.H. Khayat, 1998. Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials – an overview. *Cement Concrete Compos*, 20(2-3), 171-88.
- [27] M. Lachemi, K.M.A. Hossain, V. Lambros, P-C, N. Bouzoubaâ, 2003, Development of cost-effective self-consolidating concrete incorporating fly ash, slag cement, or viscosity-modifying admixtures. *ACI Mater J*, 100 (5), 419-25.
- [28] M. Lachemi, K.M.A. Hossain, V. Lambros, P-C. Nkinamubanzi, N. Bouzoubaâ, 2004. Performance of new viscosity modifying admixtures in enhancing the rheological properties of cement paste. *Cement and Concrete Research*, 34 (2), 185-93.
- [29] M. Sahmaran, H.A. Christiano, IÖ. Yaman, 2006. Effect of chemical and mineral admixtures on the fresh properties of self-compacting mortars. *Cem Concr Compos*, 28(5):432-40.
- [30] N. Prakash, M. Santhanam, 2006. A study of the interaction between viscosity modifying agent and high range water reducer in self compacting concrete, *Measuring, Monit, Model Concr Prop*, Part-5, 449-54.
- [31] M. Saric-Coric, K.H. Khayat, A. Tagnit-Hamou, 2003. Performance characteristics of cement grouts made with various combinations of high-range water reducer and cellulose-based viscosity modifier. *Cem Concr Res*, 33:1999-2008.
- [32] E.P. Koehler, D.W. Fowler, 2007, Aggregates in self-consolidating concrete, Research report ICAR 108-2F, International Center for Aggregates Research (ICAR), The University of Texas at Austin.
- [33] A. Leemann, F. Winnefeld, 2007. The effect of viscosity modifying agents on mortar and concrete, Elsevier, *Cement & Concrete Composites* 29, 341-349.
- [34] T. Fantous, M. Hosseinpour, A. Yahia, B. Selma, 2019. Numerical simulation of static and dynamic stability of air bubbles in highly flowable cement-based materials, *MTCOMM* 2019\_608.
- [35] J. Marchand, R. Pleau, R. Gagné, 1994. Deterioration of concrete due to freezing and Thawing, *Materials science of concrete* 4, 324-343.
- [36] H.S. Wong, A.M. Pappas, R.W. Zimmerman, N.R. Buenfeld N. R. (2011). Effect of entrained air voids on the microstructure and mass transport properties of concrete. *Cement and concrete research* 41, 1067-1077.
- [37] K.H. Khayat, 2000. Optimization and performance of the air-entrained, self-consolidating concrete, *ACI Materials Journal* 97(5): 526-535.

- [38] B. Łązniewska-Piekarczyk, 2013. The influence of selected new generation admixtures on the workability, air-voids parameters and frost resistance of self compacting concrete, *Constr. Build. Mater.*, 40, 659-671.
- [39] Y. Tazawa, K. Motohashi, T. Ohno, (1990). Improvement of bond strength of construction joints in inverted construction method with cellulose ether, In: Vasquez, E. (Eds.), *Admixtures for Concrete: Improvement of Properties*, Proceedings of the International RILEM Symposium, 591-607.
- [40] E. Kojima, A. Takashi, T. Shirai, (1968). Rising velocity and shape of single air bubbles in highly viscous liquids, *Journal of Chemical Engineering of Japan*, vol. 1, no 1, 45-50.
- [41] E.E. Zukoski, (1966). Influence of viscosity, surface tension, and inclination angle on motion of long bubbles in closed tubes, *J. Fluid Meek.* (1966), vol. 25, part 4, 821-837.
- [42] M.S. Phadake, 1989. *Quality engineering using robust design*. ISBN 013745167-9.
- [43] D. Feys, K.H. Khayat, A. Perez-Schell, R. Khatib, (2014). Development of a tribometer to characterize lubrication layer properties of self-consolidating concrete, *Cement and Concrete Composites*, 54, 40-52.

## Chapitre 6 : Influence des combinaisons SP-VMA-AEA et du cisaillement sur les caractéristiques du réseau de bulles d'air dans le béton autoplaçant

### Effect of HRWR-VMA-AEA combinations and shear on air-void characteristics in self-consolidating concrete

#### Auteurs et affiliations

Toufik Fantous: Candidat au doctorat, Département de Génie Civil, Université de Sherbrooke, 2500, Boulevard de l'Université, Sherbrooke (QC), J1K 2R1, Canada.

Ammar Yahia: Professeur associé, Département de Génie Civil, Université de Sherbrooke, 2500, Boulevard de l'Université, Sherbrooke (QC), J1K 2R1, Canada.

**Titre du journal :** Journal Construction and Building Materials (CBM) - Elsevier

**Statut :** Soumis le 4 novembre 2019

**Référence:** T. Fantous, A. Yahia, 2019. Effect of HRWR-VMA-AEA combinations and shear on air-void characteristics in self-consolidating concrete, CONBUILDMAT-D-19-09069

## 6.1 Résumé

Dans le béton autoplaçant, les caractéristiques du réseau de bulles d'air (RBA) dépendent de l'efficacité de l'agent d'entraînement de l'air (AEA) utilisé pour stabiliser les bulles d'air générées lors du malaxage. Cette efficacité dépend de son interaction avec les autres adjuvants, notamment le superplastifiant (SP) et l'agent de viscosité (AV). L'AEA contribue à la stabilisation des bulles d'air dans le BAP, tandis que le SP peut les déstabiliser en fonction de la viscosité de la matrice cimentaire et du régime de cisaillement appliqué. Une étude expérimentale a été réalisée pour évaluer l'effet des combinaisons SP-AV-AEA et du mode de cisaillement sur la stabilité des caractéristiques du RBA dans les BAP. Les mélanges étudiés ont été dosés pour obtenir un affaissement fixe de  $680 \pm 30$  mm, une teneur en air de 5 à 8% et une viscosité modérée relativement fixe. Les mélanges de BAP ont été proportionnés à l'aide de différentes classes d'agréats afin d'atteindre une densité de tassement ciblée. Les résultats obtenus ont montré que les caractéristiques du RBA, notamment la teneur en air, le facteur d'espacement, la surface spécifique et la fraction efficace des bulles d'air, ainsi que leur stabilité dans le temps, sont fortement affectées par la combinaison SP-AEA, la présence du AV, et du régime de cisaillement. En mode dynamique, correspondant à environ  $5,7 \text{ s}^{-1}$ , on peut observer une réduction de la teneur en air pouvant atteindre 3,0%. En régime ce régime (dynamique), le SP de type PC a entraîné une perte d'air et un facteur d'espacement relativement plus élevés que le type PNS. Cependant, l'utilisation du VMA en combinaison avec le PC a permis d'améliorer les caractéristiques du RBA. Une corrélation entre les facteurs d'espacement déterminés à l'aide des méthodes de test AVA et SAM est proposée, ainsi que la plage des nombres de SAM permettant d'obtenir un facteur d'espacement inférieur à  $200 \mu\text{m}$ .

## 6.2 Abstract

Air-void characteristics in self-consolidating concrete (SCC) depend on the efficiency of the air-entraining agent (AEA) used to stabilize the air bubbles generated during mixing. This efficiency depends on its interaction with other admixtures, including high-range water-reducer (HRWR) and viscosity-modifying admixture (VMA). The AEA contributes to stabilizing the air bubbles in SCC, while the HRWR can destabilize them depending on the viscosity of the matrix and the applied shear regime. An experimental investigation was carried out to evaluate the effect of HRWR-VMA-



AEA combinations and shear mode on stability of air voids characteristics in SCC. The investigated mixtures were proportioned to achieve a fixed slump flow of  $680 \pm 30$  mm, an air content of 5 to 8%, and a fixed moderate viscosity. Various SCC mixtures are proportioned using different classes of aggregates to achieve a targeted packing density. The obtained test results showed that the AVS characteristics, including the air content, spacing factor, specific surface, and the effective fraction of air bubbles, as well as their stability with time are highly affected by the HRWR-AEA combination, presence of VAM, and shear regimes. Under dynamic shear mode, corresponding to approximately  $5.7 \text{ s}^{-1}$ , a reduction of air content of up to 3.0% can be observed. Under dynamic shear regime, the PC HRWR type resulted in relatively higher air loss and spacing factor than PNS type. However, the use of VMA in combination with PC resulted in better air characteristics. A correlation between the spacing factors determined using the AVA and SAM test methods was proposed and the range of SAM numbers to achieve a spacing factor lower than  $200 \text{ }\mu\text{m}$  was proposed.

## Keywords

Air-void characteristics; High-range water-reducer; Polycarboxylic; Polynaphtalene sulfonate; Self-consolidating concrete; Spacing factor; Specific surface; Shear modes; Viscosity modifying agent.

## 6.3 Introduction

The use of self-consolidating concrete (SCC) has gained wide acceptance in repair applications, ready-mix, and precast concrete industries for casting congested members and placement of concrete in restricted areas where consolidation may not be practical. SCC is a highly flowable concrete that can spread into place under its own weight and achieve good consolidation in the absence of vibration without exhibiting defects due to segregation and bleeding [1]. The mixture design of SCC should be tailored to achieve good rheology and proper air-void characteristics to secure good frost durability. These characteristics depend on the mixture composition, including the presence of admixtures, rheology, and the shear history during mixing, transportation, and casting. Designing SCC with stable air-voids system can be a difficult task due to the high risk of air-bubbles coalescence and rupturing, which are mainly controlled by the viscosity of the mixture and the

applied shear regime [2, 3]. The coalescence of air-bubbles contributes in increasing the fraction of larger air-bubbles, which can undergo greater rising velocity, hence resulting in higher air-bubbles loss. The shear mode (i.e., static or dynamic) can significantly affect the flow performance of suspensions and stability of air-void system. Indeed, the displacement and characteristics of the air bubbles are dominated by the shear mode and distance from the shearing source (the rotating cylinder) compared to the viscosity [2, 3]. However, the increase in viscosity secured relatively better stability of air bubbles, regardless of the applied shear regime [2]. This is due to better control of the rising velocity magnitudes of the air bubbles.

Proper air-void system (AVS) in SCC can be achieved by incorporating an efficient air-entraining agent (AEA) to stabilize the air bubbles generated during mixing of concrete. Good stability of AVS consists in ensuring adequate number and volume of closely spaced, microscopic air voids necessary to improve frost resistance of the hydrated matrix. According to Nakamura and Tanaka [4], the increase in internal pressure of air voids results in an increase in the solubility of the air bubbles in the surrounding aqueous solution. This process of air dissolution, which reduce the size of air bubbles, can continue until some of air bubbles diffuse into larger air bubbles where the pressure is less. As large bubbles are less stable, they can be readily evacuated into the atmosphere, causing a net reduction in air content and an increase in spacing factor. The presence of surfactant reduces the surface tension of water, hence preventing the larger bubbles to collapse. The mechanism action of AEA is a complex process that can be influenced by various factors [5, 6]. The AEA agents are made of various chemicals [7, 8] and may induce complex interaction in the presence of other admixtures. In addition to type of AEA, the efficiency of AEA is controlled by its interaction with other admixtures, including high-range water-reducer (HRWR) and viscosity-modifying admixture (VMA of Welan-Gum type). HRWR are introduced in SCC to secure high flowability and its retention with time to facilitate casting and good structural performance. The dispersing efficiency of a HRWR depends on the type and dosage, chemical composition of cement, water-to-cement ratio (w/c), temperature of the mixture, and the presence of other admixtures [9]. HRWR can be classified into two main groups, including polynaphtalene sulfonate condensate (PNS) and polycarboxilic acid (PC) based on the dispersing mechanisms. For example, the PNS types are acting by electrostatic repulsive forces, while the PC type are acting by steric repulsive forces [10,

11]. Moreover, HRWR can influence surface tension differently and affect the content of air bubbles [8, 12, 13].

The presence of HRWR in concrete affects the volume and characteristics of air content and can contribute to destabilise the AVS [14-23]. The PC HRWR types are known to be the most problematic surfactants affecting the AVS [11, 24, 25] and the relationship between air content and spacing factor [11, 26]. The new generations of HRWR can increase the air content [27-29] and this is related to the types of cement and AEA [29], as well as the presence of VMA [31]. Some HRWR can enhance the air entrainment by reducing the absorption of AEA molecules on the solid surface [8]. This resulted in higher spacing factor and lower specific surface area of the air void system. In addition, the dosage of HRWR can induce higher fraction of larger air bubbles, which require to use the optimum (i.e. saturation) dosages given the mixture design and admixtures in use [32] and prevent small micro-bubbles to merge and form larger ones [8]. This will, therefore, contribute in ensuring adequate fraction of effective fraction of air bubbles ( $A_{300}$ ). Some types of HRWR can result in a sudden increase in the spacing factor [33]. For example, the PNS HRWR type reduce the air content of fresh and hardened concrete by 1.8% and 1.5%, respectively [14]. Furthermore, high dosages of HRWR induce segregation of concrete, which can promote coalescence and facilitate rising of air bubbles [14, 23, 34-37]. This reduction can affect all the sizes of air bubbles. However, the size of air bubbles does not depend on HRWR only, but on its interaction with AEA as well [38]. Indeed, the use of HRWR in conjunction with AEA can result in competitive adsorption, which inevitably destabilize the AVS [11]. This is more pronounced by the adsorption of PC HRWR type onto cement particles [39]. The HRWR can also influence the size of air bubbles during mixing [28, 40] and cause huge discrepancies between air content and spacing factor [8, 30]. An adequate selection of HRWR-AEA can be achieved by carrying out trial batches on the mixture design incorporating the materials on hand [8, 11] to achieve the targeted air content. However, the specified air content (4-7% or 5-8%) does not necessarily secure a proper spacing factor. When the properties of the air-void system are compromised, the use of PNS may be preferred over other superplasticizers [11].

Achieving stable AVS depends on static and dynamic segregation of SCC. Dynamic segregation is the process in which coarse aggregate separate and settle down when the concrete is flowing. This can destabilize the air bubbles [2, 3, 41]. The viscosity and shear regime play a very important role

on the stability of AVS. The improvement of rheology can improve the characteristics of the AVS by ensuring higher fraction of the smallest air bubbles. For example, the use of VMA can improve viscosity and stability of SCC [9, 23, 42-48]. However, the presence of VMA can reduce the ability of AEA to stabilize an adequate air-void system. In this case, it is recommended to increase the dosage of the AEA to secure a fixed air content [31, 37]. Furthermore, the type of VMA can affect the air content. For example, synthetic copolymers decreased the air content, while the use of methylcellulose VMA decrease the air content [37]. Because of the shear-thinning behavior of VMA mixtures, even very small agitations can negatively influence the air content, spacing factor, and the specific surface in SCC [42]. However, limited knowledge is available on the effect of HRWR-VAM-AEA on the size of air bubbles and their stability under shear regime. The main objective of this investigation is to highlight the effect of different HRWR-VMA-AEA combinations and shear regimes on the characteristics of entrained air bubbles in SCC. The selection of an efficient HRWR-AEA combination is essential to secure stable AVS and secure greater volume of effective air bubbles.

## 6.4 Experimental Program

The experimental program undertaken in this study aims to evaluate the characteristics of entrained air-bubbles in SCC subject to different shear regimes. In total, eighteen SCC mixtures were investigated. The mixtures were proportioned using a binder content of 420 kg/m<sup>3</sup> for mixtures formulated with 14-mm maximum aggregate size and 445 kg/m<sup>3</sup> for those made with 20-mm, a water-to-cementitious (w/cm) ratio of 0.385, and a sand-to-total aggregate ratio (S/A) of 0.49. The HRWR and AEA dosages were optimized to secure the targeted slump flow and air content.

### 6.4.1 Materials

The investigated SCC mixtures are systematically formulated using a ternary blended binder (TerC<sup>3</sup>) containing 75% general use cement (GU), 20% fly ash (FA), and 5% silica fume (SF). Two different types of HRWR, a polynaphthalene sulfonate (PNS) and a polycarboxylic (PC), were used in combination with a compatible VMA. On the other hand, a compatible synthetic air-entraining agent (AEA) was used at an optimum dosage to secure a proper air-void system of the investigated

mixtures. The PNS HRWR had a specific gravity of 1.1 and a solid content of 40%, while those of PC type are 1.07 and 30%, respectively. The mixtures were proportioned using 10-, 14-, and 20-mm sizes to achieve the best packing density according to Fuller-Thompson grading. The specific gravities of these aggregate types are 2.70, 2.72, and 2.73, respectively. On the other hand, a well-graded siliceous sand with specific gravity of 2.65 and finesse modulus of 2.38, respectively, was used.

#### **6.4.2 Mixture proportioning and test procedures**

The investigated SCC mixtures were proportioned with a w/b of 0.385 and two different maximum sizes of aggregate corresponding to 14 and 20 mm. On the other hand, the maximum size of aggregate showed great effect on the stability of AVS in SCC [3, 49]. These two types of SCC simulate those used for repair and infrastructures, respectively. For each SCC mixture, the HRWR and AEA dosages were optimized to achieve a slump flow of  $680 \pm 30$  mm, air content of 5 to 8%, and a moderate viscosity (T50) of 2 to 4 s [1]. The mixtures proportions of the investigated SCC mixtures are summarized in Table 6.1.

Table 6. 1. Mixture proportioning of the investigated SCC mixtures (w/b = 0.385) and shear modes

		$\phi_{\max}$ (mm)	Paste content (%)	Sand/total aggregate, by volume	Aggregates (kg)			Shear Modes
					10 mm	14 mm	20 mm	
PNS-AEA	SCC 1	14	37	0.49	341	554		Static
	SCC 2							Semi-static
	SCC 3							Dynamic
	SCC 4	20			96	498	276	Static
	SCC 5							Semi-static
	SCC 6							Dynamic
PC-AEA	SCC 7	14			341	554		Static
	SCC 8							Semi-static
	SCC 9							Dynamic
	SCC 10	20			96	498	276	Static
	SCC 11							Semi-static
	SCC 12							Dynamic
PC-AEA-VMA	SCC 13	14			341	554		Static
	SCC 14							Semi-static
	SCC 15							Dynamic
	SCC 16	20			96	498	276	Static
	SCC 17							Semi-static
	SCC 18							Dynamic

The air content and characteristics of the air-void system were evaluated using three different test methods, including the ASTM C231, AVA, and SAM. The concrete mixtures were mixed in batches of 40 liters using an open-pan mixer. The mixing sequence consisted of homogenizing the coarse aggregate and sand for 1 minute before introducing 1/3 of the mixing water. The remaining water along with the HRWR, AEA, and VMA were introduced and then concrete was mixed for an additional 2 minutes. Ambient temperature during mixing and testing was maintained at  $22 \pm 2^\circ\text{C}$ .

### 6.4.3 Shear regimes

As shown in Table 6.1, three different shear regimes corresponding to static, semi-static, and dynamic shear regimes were evaluated. These shear regimes simulate the concrete at rest, during transportation, and casting processes, respectively. The air characteristics measured immediately after mixing (i.e.  $t = 0$ ) were used as reference values for comparison purposes after 30 and 60 min of age. This comparison is carried out to evaluate the effect of viscosity and shear regime on stability of AVS in SCC. In the case of semi-static shear regime, the mixture was kept in the mixer rotating at 4 rpm. On the other hand, the dynamic shear regime is simulated by subjecting the concrete to a rotational shear of 0.9 rps in the tribometer. Under the friction effect, the rotary action induces the

formation of layers at different distances from the shear source (i.e. rotational cylinder) depending on the applied shear. The used shearing protocol consists in applying a constant rotational shear of 0.9 rps for 2.5 min. In the case of dynamic shear regime, the characteristics of AVS were determined on samples taken at the centre of the formed layer, as shown in Fig. 6.1.

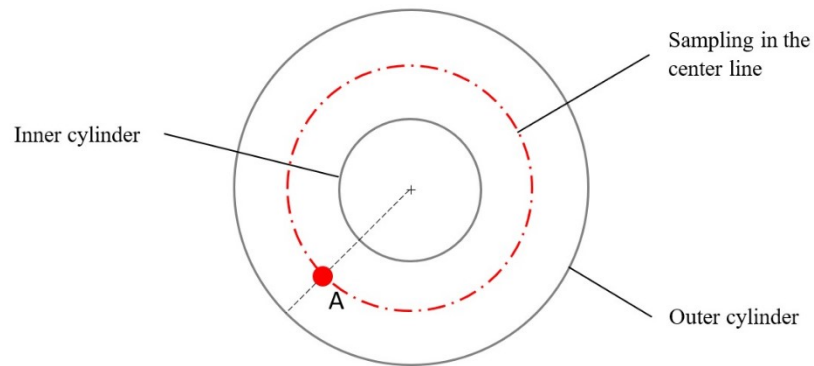


Figure 6. 1. Sampling location for the AVA-3000 measurements

## 6.5 Results and discussion

The fresh properties and air contents of the investigated SCC mixtures are summarized in Table 6.2. On the other hand, the characteristics of air-bubbles are summarized in Table 6.3. The effect of HRWR-VAM-AEA on the initial air content ( $t = 0$  min) of the investigated SCC mixtures before submitting them to any shear regime was investigated. In addition, the effect of HRWR-VMA-AEA on the variation of air-void characteristics with time (2.5, 30, and 60 min) of SCC subject to different shear modes was evaluated.

Table 6. 2. Fresh properties and air contents of the investigated SCC mixtures

Admixtures (ml/100 kg of binder)				Flow (mm)	T <sub>50</sub> (sec)	Density (kg/m <sup>3</sup> )	ASTM C231			
PC (ml)	PNS (ml)	AEA (ml)	VMA (ml)				0 min	30 min	60 min	2.5 min
SCC 1		1726	46.3	690	2.0	2252	6.7	5.9	5.3	
SCC 2		1607		680	2.5	2310	5.1	3.9	3.5	
SCC 3		1667		710	2.0	2345	6.5			4.0
SCC 4	--	1685		710	2.0	2322	5.2	4.3	3.8	
SCC 5		1517		700	2.0	2381	5.0	3.4	3.1	
SCC 6		1573		650	3.0	2372	5.5			3.3
SCC 7	1250			660	3.0	2349	5.6	4.5	4.0	
SCC 8	1488			660	3.2	2354	5.0	3.7	3.2	
SCC 9	1488			690	2.5	2302	6.4			3.4
SCC 10	1320			650	3.0	2370	5.4	4.3	4.0	
SCC 11	1180			710	2.4	2375	4.2*	3.0	2.5	
SCC 12	1292			690	2.5	2228	5.5			2.7
SCC 13	2500	--	69.4	650	4.0	2390	5.6	5.2	4.8	
SCC 14	2500			655	4.0	2369	5.4	4.8	4.5	
SCC 15	2441			690	3.9	2366	6.6			5.2
SCC 16	2332			660	4.0	2373	5.3	4.8	4.4	
SCC 17	2360			700	3.9	2319	5.2	4.5	4.2	
SCC 18	2332			695	4.0	2223	6.4			4.5

\* saturation dosage



Table 6. 3. Characteristics of air-void system of the investigated SCC mixtures (AVA-3000)

	AVA												SAM							
	0 min				60 min				2.5 min				0 min		30 min		60 min		2.5 min	
	Air <sub>2000</sub> (%)	Air <sub>300</sub> (%)	$\bar{L}$ (μm)	$\alpha$ (mm <sup>-1</sup> )	Air <sub>2000</sub> (%)	Air <sub>300</sub> (%)	$\bar{L}$ (μm)	$\alpha$ (mm <sup>-1</sup> )	Air <sub>2000</sub> (%)	Air <sub>300</sub> (%)	$\bar{L}$ (μm)	$\alpha$ (mm <sup>-1</sup> )	Air (%)	SAM Number	Air (%)	SAM Number	Air (%)	SAM Number	Air (%)	SAM Number
SCC 1	5.3	2.8	0.108	37.6	3.5	1.5	0.196	21.3					7.0	0.22	6.1	0.26	5.0	0.35		
SCC 2	4.7	2.3	0.131	31.1	2.0	0.8	0.271	13.8					5.8	0.29	4.2	0.41	3.7	0.60		
SCC 3	5.3	2.3	0.115	29.6					1.7	0.4	0.625	6.0	5.9	0.25					3.7	0.74
SCC 4	4.4	2.2	0.165	20.0	3.0	1.0	0.320	15.6					4.9	0.30	3.5	0.53	3.4	0.58		
SCC 5	4.0	1.9	0.157	25.9	1.1	0.4	0.346	13.2					4.4	0.28	3.2	0.77	2.9	0.62		
SCC 6	4.2	1.8	0.168	24.9					1.2	0.3	0.716	5.3	6.4	0.26					3.2	0.83
SCC 7	5.0	2.6	0.118	34.8	3.3	1.4	0.234	19.1					5.2	0.24	4.6	0.31	4.0	0.48		
SCC 8	4.2	2.0	0.149	29.7	1.8	0.5	0.323	13.5					4.9	0.22	4.0	0.30	3.8	0.65		
SCC 9	4.8	2.2	0.121	39.3					1.5	0.3	0.699	5.6	6.9	0.27					3.0	0.80
SCC 10	4.0	2.0	0.171	25.4	2.9	1.2	0.351	14.0					5.3	0.25	4.7	0.46	3.0	0.51		
SCC 11	3.1	1.4	0.179	25.0	1.5	0.4	0.431	11.7					5.1	0.30	3.5	0.55	2.8	0.72		
SCC 12	3.7	1.4	0.154	26.7					0.9	0.1	0.931	4.1	6.0	0.32					2.5	-
SCC 13	4.9	3.4	0.103	40.1	3.8	2.4	0.156	30.1					5.5	0.25	4.8	0.20	4.5	0.37		
SCC 14	4.4	3.0	0.125	35.6	3.3	1.9	0.232	23.4					5.8	0.30	4.0	0.37	3.8	0.56		
SCC 15	4.0	2.5	0.108	38.3					2.4	1.1	0.349	13.6	5.3	0.33					4.5	0.43
SCC 16	4.7	3.1	0.146	30.7	3.7	2.2	0.227	27.6					5.6	0.19	3.9	0.30	3.5	0.30		
SCC 17	3.9	2.5	0.130	33.3	2.5	1.3	0.245	20.3					5.3	0.25	4.4	0.35	4.0	0.47		
SCC 18	3.6	2.1	0.126	32.5					2.0	0.8	0.421	11.1	5.4	0.28					3.9	0.46

### 6.5.1 Admixture demand and sensitivity of measurements

In general, the use of PC HRWR type in combination with AEA required relatively lower dosages than PNS type to achieve the targeted properties of SCC. Test results showed that the required PNS-HRWR dosage was higher (approximately 300 mL/100 kg of binder) than that of PC type to achieve the targeted slump flow of  $680 \pm 30$  mm and air content between 5 to 8%. This is generally attributed to the thicker polymeric layer of the PC type compared to that of the PNS, which surrounds the cement particles and acts by encumbrment [10, 11]. The thicker layer ensures better dispersion, thus for a given fluidity level, the PNS required higher amount than that of PC. On the other hand, the incorporation of VMA secured better stability of mixture and air-bubbles (before and after shearing), as can be observed in Fig. 6.4. Indeed, SCC mixtures containing VMA showed the lowest variation rate, in terms of air content, less than 0.9% (5.4% vs. 5.8%) compared to 1.2% (5.0% vs. 5.4%) to those made without VMA. However, the presence of VMA required double amount of PC to secure the targeted slump and viscosity values.

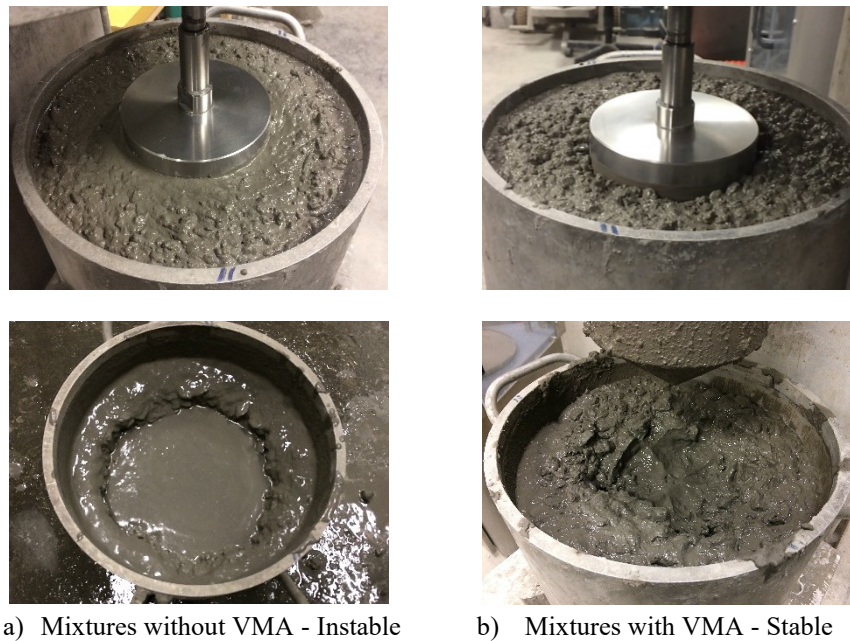


Figure 6. 2. Tribometry test before and after shearing

The repeatability of the ASTM C231, AVA, and SAM test methods was evaluated immediately after mixing operation ( $t = 0$  min) and before applying any shear regime. As can be observed in Fig. 6.3, the ASTM C231 and AVA showed similar trend in terms of the initial air content of the

investigated mixtures, especially in the case of PNS HRWR type. However, the AVA test method resulted in approximately 2% lower air content, regardless of the type of SCC. This is consistent with data reported in literature [49]. It is worthy to mention that SCC mixtures proportioned with 20-mm maximum aggregate size showed lower air content than those proportioned with 14-mm coarse aggregate. The presence of coarse aggregates (20 mm) contributed in ensuring higher inter-particles, thus promoting the coalescence and rising of air bubbles.

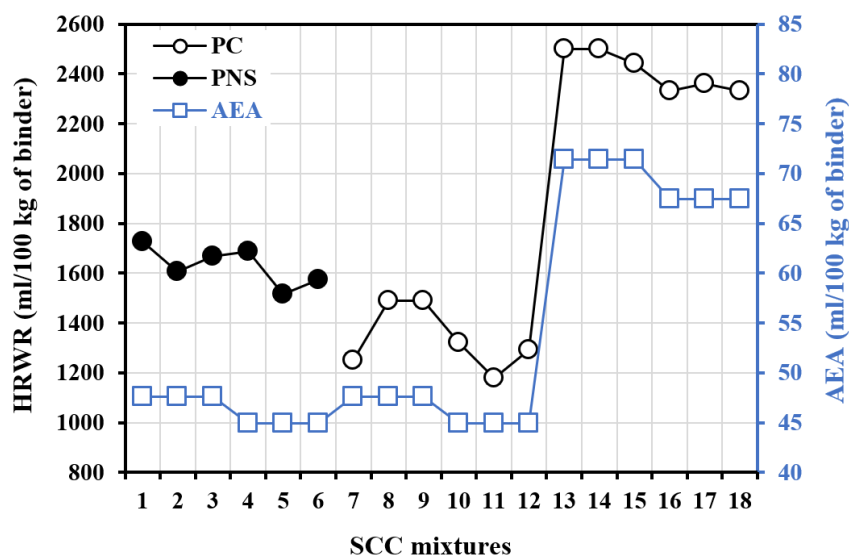


Figure 6. 3. HRWR and AEA demand for the investigated SCC mixtures

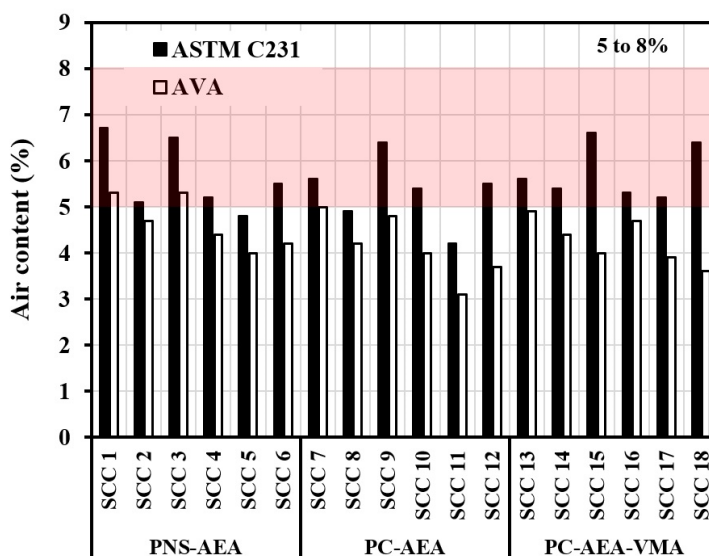


Figure 6. 4. Variation of the initial air content of the investigated SCC mixtures (t = 0 min)

### 6.5.2 Effect of HRWR-VMA-AEA combinations and shear mode on the stability of AVS

As mentioned earlier, the variation of air content with time (up to 60 min of age) was evaluated under different shear modes, including static, semi-static, and dynamic. The variation of air content ( $\Delta A_{60}$ ), calculated as the difference between the initial air content and the air content measured after 60 min of age, is established to evaluate the air stability of the investigated mixtures. As can be observed in Fig. 6.5, the air content of SCC decreased with time, regardless of the applied shear mode. In the case of static and semi-static shear modes, the reduction was limited between 0.8 and 1.5%, respectively. Under semi-static mode, simulated under a shear agitation of 4 rpm in rotating drum trucks, the concrete undergoes a slightly higher air loss compared to the static mode. Although the mixture undergoes a pseudoplastic behavior, the decrease in the apparent viscosity may be limited because of the relatively low rotational shear of 4 rpm [50, 51]. However, under dynamic shear mode, corresponding to approximately  $5.7 \text{ s}^{-1}$ , a considerable air loss was observed, regardless of the HRWR-AEA combination in use. For example, in the case PNS HRWR type, an additional air loss of 1.1% was observed in the case of dynamic shear mode compared to static one. In general, under static and semi-static shear mode, both HRWR types showed comparable drop in the air content with time. However, under dynamic shear mode, the PC HRWR type resulted in relatively higher air loss than PNS HRWR type. For example, SCC mixture proportioned with 14-mm maximum coarse aggregate and PNS type exhibited 1.1% air loss after 60 min. In the case of SCC mixtures proportioned with PC type, higher air loss of 1.4% was observed. The obtained results did not show a significant effect of the maximum size of aggregate (14 vs. 20 mm) on the variation of air content, except for the mixtures containing VMA.

The use of VMA contributed in improving stability of the AVS, regardless of the applied shear and maximum size of aggregate. SCC mixtures proportioned with PC HRWR type (SCC9 and 12) showed higher air loss compared to those made with PNS type (SCC3 and 6). The use of VMA resulted, indeed, in lowering the variation of air content after 60 min of age from 1.4% to 0.6% (more than 50%). In the case of mixtures containing VMA, the use of 20-mm coarse aggregate resulted in relatively higher air loss. The use of 20-mm coarse aggregate can result in imperfect granular stacking generating relatively loose packing density compared to 14-mm aggregate. Under

these conditions, the relatively easier movement of air bubbles promote their coalescence and rise, which contribute in lowering the air content [49]. On the other hand, the small aggregate particles can form a physical barrier to the movement of air bubbles, hence preventing their coalescence and reducing the risk of rising. As expected, the loss of air resulted in higher spacing factors and lower specific surfaces of SCC mixtures subject to dynamic shear mode. As can be observed in Fig. 6.6, all the investigated mixtures proportioned with 14-mm coarse aggregate achieved an initial spacing factor between 100 and 150  $\mu\text{m}$ , while those made with 20-mm aggregate are between 125 and 180  $\mu\text{m}$ . Furthermore, all the investigated SCC mixtures exhibited higher spacing factor under shear, regardless of the HRWR-AEA combinations. The highest spacing factor was observed with SCC mixtures incorporating PC HRWR type and subject to dynamic shear regime. For example, in the case of 14-mm SCC mixtures incorporating PC HRWR, the spacing factor increased from 234 (SCC 7) to 700  $\mu\text{m}$  (SCC 9) due to dynamic shear compared to static one. This increase was more pronounced (from 350 to 900  $\mu\text{m}$ , SCC 10 vs. 12) in the case of 20-mm coarse aggregate. However, the SCC mixtures containing VMA (SCC 13-18) showed lower increase in the spacing factor compared to those made without VMA. The obtained results confirm the contribution of VMA to stabilize the AVS, reflected by good constancy and similarity of the AVS and the lower air loss observed after 60 min. As reported in literature, an AVS can be stable if the absolute value of  $\Delta\bar{L}$  does not exceed 50  $\mu\text{m}$  [29]. As can be observed in Table 6.3 and Fig. 6.6, the mixtures formulated without VMA (SCC 1-12) showed  $\Delta\bar{L}$  (i.e. 0 vs. 60 min) values ranging between 90 to 180  $\mu\text{m}$ , even under static shear regime. However, the mixtures including VMA (SCC 13-18) exhibited lower  $\Delta\bar{L}$  values ranging between 50 and 80  $\mu\text{m}$ .

Since the specific surface is inversely proportional to the spacing factor, the increase in the spacing factor resulted in lower specific surface values of air bubbles, regardless of the HRWR-AEA combination and shear regime. All the investigated mixture exhibited lower specific surface values under shear (Fig. 6.7). Higher reduction was observed under dynamic shear compared to static and semi-static modes. Better stability of air bubbles can be achieved by adjusting the viscosity of the mixture given the applied shear, i.e. casting condition [3, 41].

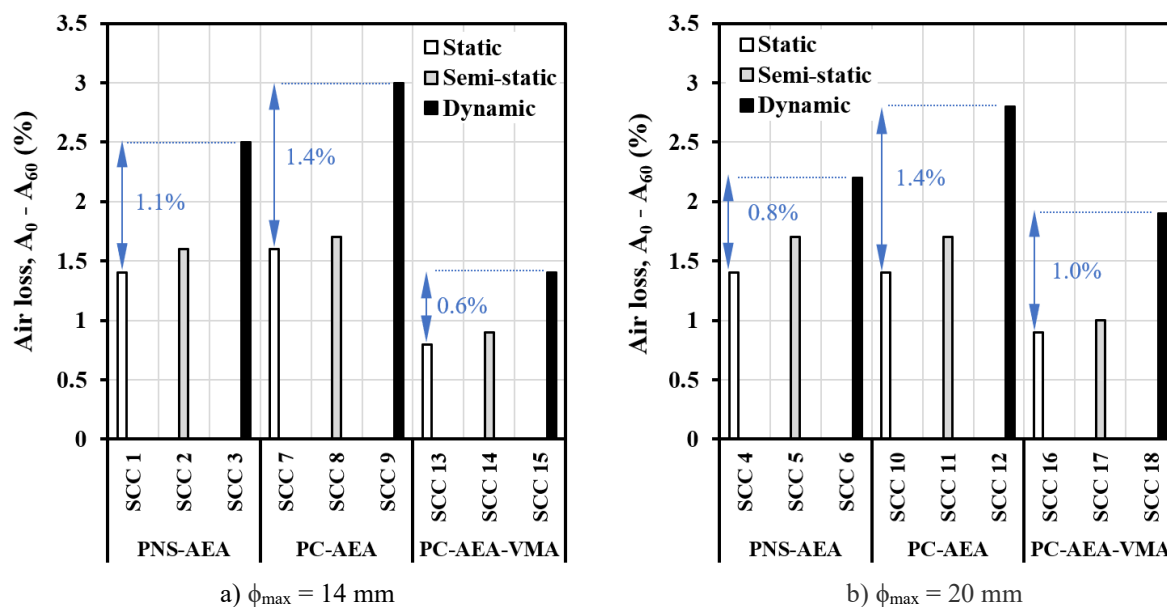


Figure 6. 5. Effect of admixture combinations and shear regime on the air content loss

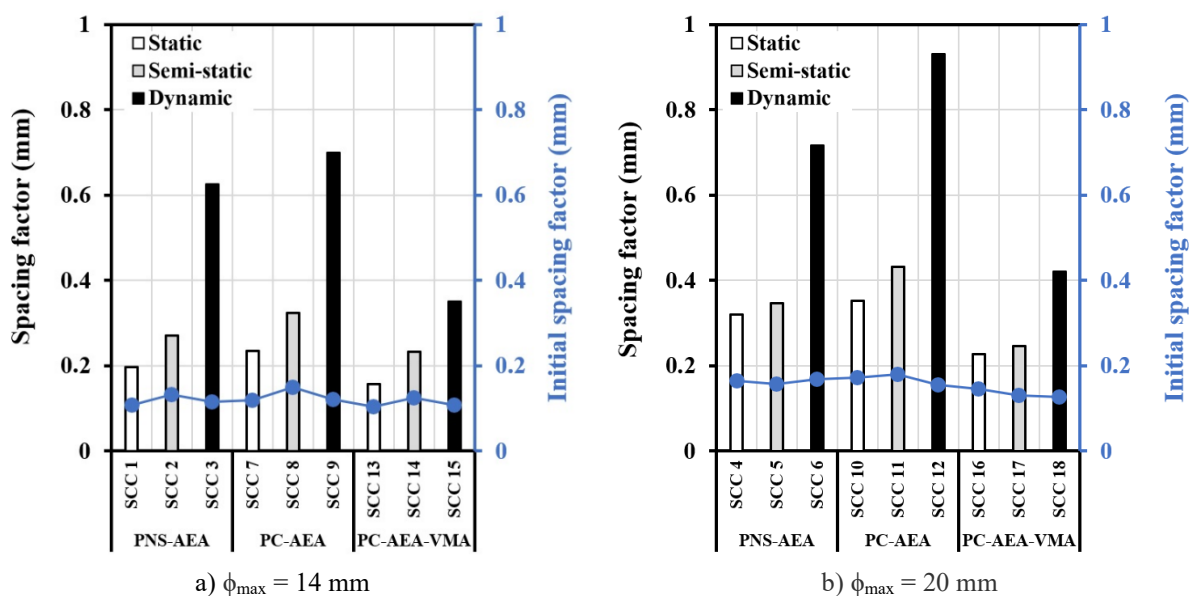


Figure 6. 6. Effect of admixture combinations and shear regime on the spacing factor

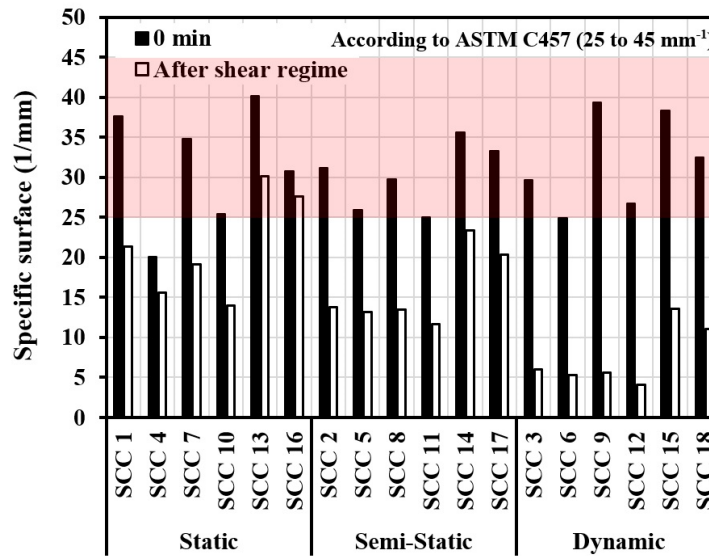


Figure 6. 7. Effect of admixture combinations and shear regime on the specific surface of air-bubbles

### 6.5.3 Effect of HRWR-VMA-AEA combination and the characteristics of AVS

The AVS is composed of air-bubbles having different sizes. The most effective air bubbles for frost durability are lower than 300  $\mu\text{m}$  ( $A_{300}$ ). As can be observed in Fig. 6.8, all the investigated SCC mixtures showed an initial  $A_{300}$  fraction between 40 and 70%, of the total air volume. However, the  $A_{300}$  fraction decreased with time, regardless of the applied shear mode. In the case of static shear regime, the reduction is, in general, limited to 10% after 60 min for the investigated SCC mixtures, regardless of the HRWR-AEA combination. Higher reduction, up to 19%, was observed under semi-static shear in the case of SCC mixtures incorporating PC HRWR type. This reflects the high sensitivity of this class of air bubbles to shear to disappear or merge into larger air bubbles. The application of higher shear, dynamic shear, resulted in up to 30% reduction in the  $A_{300}$  fraction, which resulted in higher fraction of  $A_{2000}$  by up to 90%.

The mixtures incorporating PNS HRWR showed slightly higher effective fractions than those made with PC type, regardless of the shear regime in use. Under static and semi-static shear regimes, The use of PNS type secured, in general, better stability of effective air fraction, i.e.  $A_{300}$ , while the use of PC induced higher variation in the  $A_{300}$  fraction. However, under dynamic shear, the use of PC type resulted in approximately 5% higher reduction than PNS. On the other hand, the use of VMA contributed in ensuring better stability of effective air bubbles. This is due to better stability of

constituents to secure homogenous distribution and higher viscosity of the matrix. These results are consistne with litterature, where the relatively higher viscosity ensured better stability and characteritics of air-bubbles [2].

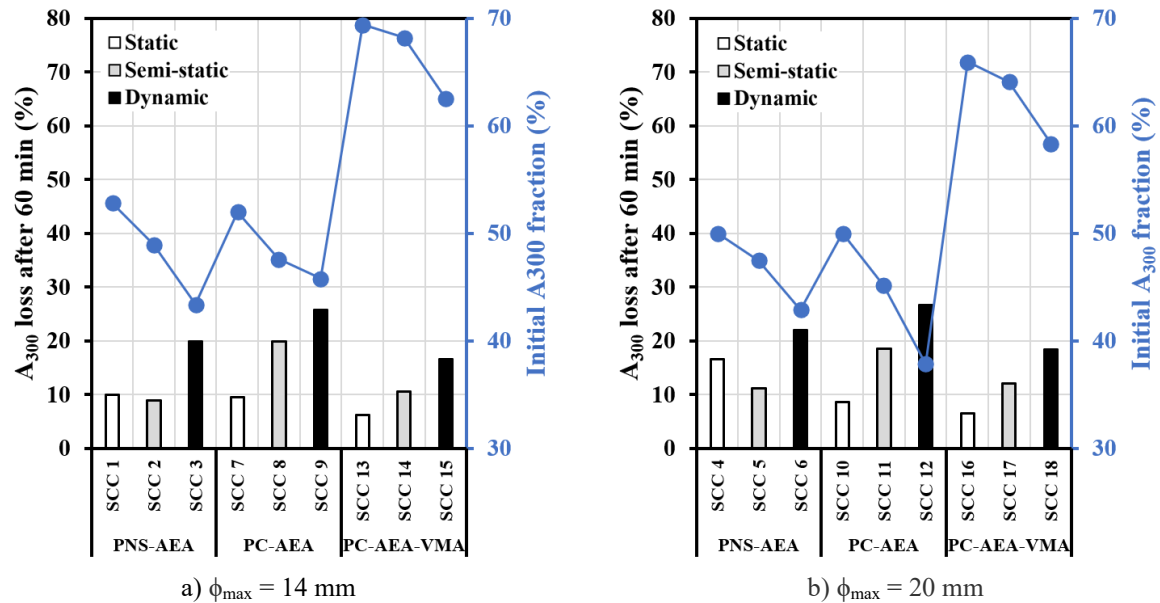


Figure 6. 8. Effect of admixture combinations and shear regime on the specific surface of air-bubbles

#### 6.5.4 Spacing factor measurements: AVA vs. SAM test methods

As reported in literature, the ASTM C231 method resulted in higher air content compared to the SAM, and ASTM C457 test methods [2]. On the other hand, the AVA method resulted in 2% lower air content compared to the other test methods [2, 49, 52]. On the other hand, the spacing factor values obtained using the ASTM C457 test method were higher than those obtained using the AVA [2]. The spacing factors of the 18 investigated SCC mixtures using the AVA and SAM test methods are compared in Fig. 6.9. These mixtures cover a wide range of the mixture proportioning and various HRWR-AEA-VMA combinations.



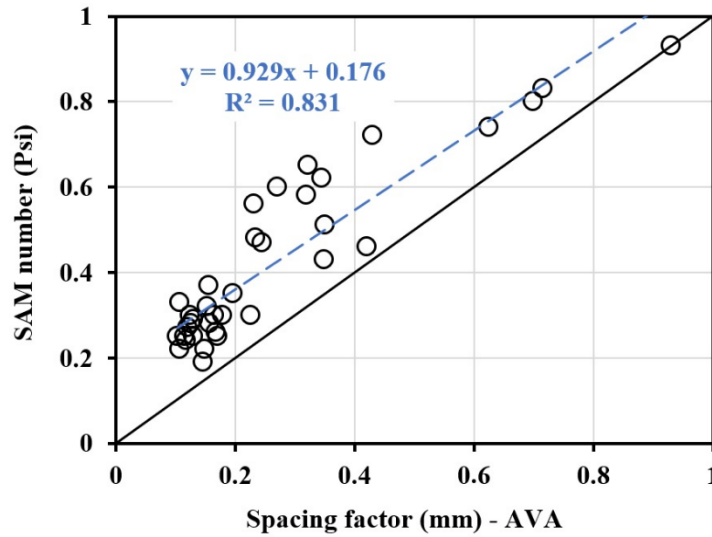


Figure 6. 9. Correlation between spacing factors obtained with AVA and SAM number

As can be observed, the obtained SAM numbers are relatively higher than the AVA spacing factor values. On the other hand, the spacing factor values obtained using the AVA test method lower than 200  $\mu\text{m}$  correspond to SAM values between 0.2 and 0.4 Psi. In general, higher dispersion in SAM values was observed in the case of mixtures having a spacing factor higher than 200  $\mu\text{m}$ . Good correlation between the AVA and SAM spacing factors was obtained. The proposed correlation can be useful to establish targeted range for SAM test, which can after validated on hardened samples. However, further investigation is necessary to better understand the discrepancy between the AVA and SAM spacing factors observed, especially in the case of higher values than 250  $\mu\text{m}$ .

## 6.6 Conclusions

The influence of different combinations of high-range water-reducer (HRWR), air-entraining agents (AEA), and viscosity-modifying admixture (VMA) on the stability of the air-void system (AVS) of self-consolidating concrete (SCC) subject to different shear regimes was investigated. Based on the mixture proportioning, materials properties, admixtures types and dosages, and test methods used in this study, the following conclusions can be pointed out:

- The AVS characteristics, including the air content, spacing factor, specific surface, and effective fraction, as well as their stability with time are shown to be highly affected by the HRWR-AEA combination and shear regimes.
- The reduction of air content with time of the investigated SCC mixtures subject to static and semi-static shear regimes was limited to 0.8 and 1.5%. However, under dynamic shear mode, corresponding to approximately  $5.7 \text{ s}^{-1}$ , a higher reduction of up to 3.0% can be observed.
- Under static and semi-static shear regime, PNS and PC HRWR types showed comparable performance in terms of the stability of AVS and effective air-bubbles fraction. However, under dynamic shear mode, the PC HRWR type resulted in relatively higher air loss than PNS. This resulted in higher spacing factor, lower specific surface values, and higher loss of effective air-bubbles fraction.
- The use of PC HRWR type in combination with VMA was shown to result in better AVS characteristics than those obtained with the PNS HRWR type.
- The use of VMA in combination with PC HRWR type improved the stability of AVS, which is reflected by lower loss of air with time, lower spacing factor, and high effective air bubbles fraction. This effect is more pronounced under dynamic shear regime.
- The spacing factors was dominated by the shear regime. Higher spacing factor was observed under dynamic shear regime, regardless of the HRWR-AEA combination. However, the use of VMA was shown to ensure better air characteristics, especially under dynamic shear.
- A correlation between the spacing factors determined using the AVA and SAM test methods was proposed and the range of SAM numbers to achieve a spacing factor lower than  $200 \text{ }\mu\text{m}$  was identified.

## 6.7 Acknowledgment

The authors wish to thank the financial support of the National Science and Engineering Research Council of Canada (NSERC) and the 8 industrial partners participating in the NSERC Chair on Development of Flowable Concrete with Adapted Rheology and Their Application in Concrete Infrastructures, held by Professor Ammar Yahia at the Université de Sherbrooke.

## 6.8 References

- [1] ACI-237, (2007). Self-consolidating concrete, ACI Committee 308 Report, ACI 237R-07, American Concrete Institute, Farmington Hills, MI.
- [2] T. Fantous, M. Hosseinpour, A. Yahia, B. Selma, 2019. Numerical simulation of static and dynamic stability of air bubbles in highly flowable cement-based materials, MTCOMM\_2019\_608
- [3] T. Fantous, A. Yahia, 2019. Effect of viscosity and shear regime on the stability of air-void system in self-consolidating concrete using Taguchi method, CCC-S-19-00073
- [4] D.A. Whiting, A.N. Nagi, 1998. Manual on control of Air content in concrete, p 42
- [5] M. Pigeon, R. Pleau, 1995. Durability of Concrete in Cold Climates. Chapter 6, 129-153.
- [6] I. Kqlaots, R.H. Hurt, E.M. Suuberg, 2004. Size distribution of unburned carbon in coal fly ash and its implications, Fuel, 83, 1, 223-230
- [7] B. Łażniewska-Piekarczyk, J. Szwabowski, B. Miera, 2015. Superplasticizer compatibility problem with innovative air-entraining multicomponent Portland cement, Elsevier, Procedia Engineering 108, 559-567
- [8] K.H. Khayat, Z. Guizani, 1997. Use of viscosity modifying admixture to enhance stability of fluid concrete. ACI Mater J, 94(4), 332-40.
- [9] G. Gelardi, R.J. Flatt, 2016. Working mechanisms of water reducers and superplasticizers. In: Aïtcin, P.-C., Flatt, R.J. (Eds.), Science and Technology of Concrete Admixtures. Elsevier, (Chapter 11), 257-278.
- [10] P.-C. Nkinamubanzi, S. Mantellato, R.J. Flatt, 2016. Superplasticizers in practice. In: Aïtcin, P.-C., Flatt, R.J. (Eds.), Science and Technology of Concrete Admixtures. Elsevier, (Chapter 16), 353-378.
- [11] M. Kobayashi, E. Nakakuro, K. Kodama, S. Negami, 1981. Frost resistance of superplasticized concrete. ACI Special Publication, 68.
- [12] K. Reknes, B.G. Peterson, 2003. Self-Compacting Concrete with Lignosulphonate Based Superplasticizer, 3rd International Self-Compacting Concrete, Reykjavik, 184-189.
- [13] C. MacInnis, D. Racic, 1986. The effect of superplasticizers on the entrained air-void system in concrete, Cement and Concrete Research. vol. 16, 345-352, 1986. USA. 0008-8846/86
- [14] G.G. Litvan, 1983. American Concrete Institute Jl., July - August, p 326.
- [15] H. Yoshida, H. Kasami, S. Suzuki, T. Takohashi, Y. Yoshioka, 1981. American Concrete Institute SP-68, p 139.
- [16] L.R. Roberts, P. Scheiner, 1981. American Concrete Institute SP-68, p 189.
- [17] E. Okada, M. Hisika, Y. Kazama, K. Hattori, 1981. American Concrete Institute SP-68, p 215.
- [18] P.K. Mukherjee, B. Chojnacki, 1978. American Concrete Institute SP-62, p 245.
- [19] V.M. Malhotra, D. Malanka, 1978. American Concrete Institute SP-62, p 209.
- [20] R.C. Mielenz, J.H. Sprouse, 1978. American Concrete Institute SP-62, p 167.
- [21] W.F. Perenchio, D.A. Whiting, D.L. Kantro, 1978. American Concrete Institute SP-62, p 137.
- [22] A. Leemann, F. Winnefeld, 2007. The effect of viscosity modifying agents on mortar and concrete, Elsevier, Cement & Concrete Composites 29, 341-349

- [23] K. Macdonald, 2009. Polycarboxylate Ether and Slabs, Understanding How They Work in Floor Construction, Concrete Construction.
- [24] E. Eickschen, C. Müller, 2013. Interactions of air-entraining agents and plasticizers in concrete. *Cement International* 2, 88-101.
- [25] P.-C. Aïtcin, 2016. Entrained air in concrete: Rheology and freezing resistance. In: Aïtcin, P.-C., Flatt, R.J. (Eds.), *Science and Technology of Concrete Admixtures*. Elsevier (Chapter 6), 87-96.
- [26] M. Mosquet, 2003. New generation admixtures, Budownictwo Technologie Architektura, Special Publication.
- [27] E. Sakai, T. Kasuga, T. Sugiyama, K. Asaga, M. Daimon, 2006. Influence of superplasticizers on the hydration of cement and the pore structure of hardened cement, *Cement and Concrete Research*, 36, 2049-2053.
- [28] J. Szwabowski, B. Łaźniewska-Piekarczyk, 2008. The increase of air content in SCC mixes under the influence of carboxylate superplasticizer. *Cement, Wapno, Beton*, 4, 205.
- [29] F. Saucier, M. Pigeon, P. Plante. Air-void Stability. Part III: Field tests of superplasticized concretes. *ACI Material Journal*. V. 87. N., 1. Jan-Feb. (1990) 3-11.
- [30] K.H. Khayat, 2000. Optimization and performance of the air-entrained, self-consolidating concrete, *ACI Materials Journal* 97(5): 526-535.
- [31] A. Nowak-Michta, 2015. Influence of superplasticizer on porosity structures in hardened concretes, 7th Scientific-Technical Conference Material Problems in Civil Engineering (MATBUD 2015), Elsevier, *Procedia Engineering* 108, 262-269
- [32] P.K. Plante, M. Pigeon, F. Saucier, 1989. Air-Void Stability, Part II: Influence of Superplasticizers and Cement, *ACI Materials Journal*, 86, 6.
- [33] Plante, P., Pigeon, M., Foy, C., 1989. The influence of water-reducers on the production and stability of the air void system in concrete. *Cem Concr Res*, 9:621633.
- [34] M. Sari, E. Prat, J.-F. Labastire, 1999. High strength self-compacting concrete: original solutions associating organic and inorganic admixtures, *Cement and Concrete Research*, 29(6), 813-8.
- [35] M. Collepardi, 2003. Self-compacting concrete: what is new? In: *Proceedings of the 7th CANMET/ACI conference on superplastizicer and other chemical admixtures in concrete*, 1-16.
- [36] B. Łaźniewska-Piekarczyk, 2013. The influence of selected new generation admixtures on the workability, air-voids parameters and frost resistance of self compacting concrete, *Constr. Build. Mater.*, 40, 659-671.
- [37] R. Pleau, M. Pigion, R.M. Faure, T. Sedran, 1990. Air voids in concrete: A study of the influence of superplasticizers by means of scanning electron microscopy and optical microscopy, *ACI Special Publication*, 122, 105-124.
- [38] Q. Ran, J. Liu, Y. Yang, X. Shu, J. Zhang, Y. Mao, 2015. Effect of Molecular Weight of Polycarboxylate Superplasticizer on Its Dispersion, Adsorption, and Hydration of a Cementitious System. *American Society of Civil Engineers*. DOI: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0001460.
- [39] T. Gorzelańczyk, J. Hoła, 2011. Pore structure of self-compacting concretes made using different superplasticizers, *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 11, 3, 611-621.
- [40] H.K. Khayat, J. Assaad, 2002. Air-Void Stability in Self-Consolidating Concrete, *ACI Materials Journal*, 99 (4), 408-416.

- [41] K.H. Khayat, 1998. Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials – an overview. *Cement Concrete Compos*, 20(2-3), 171-88.
- [42] M. Lachemi, K.M.A. Hossain, V. Lambros, N. Bouzoubaâ, 2003, Development of cost-effective self-consolidating concrete incorporating fly ash, slag cement, or viscosity-modifying admixtures. *ACI Mater J*, 100 (5), 419-25
- [43] M. Lachemi, K.A.M. Hossain, V. Lambros, P.-C. Nkinamubanzi, N. Bouzoubaâ, 2004. Performance of new viscosity modifying admixtures in enhancing the rheological properties of cement paste. *Cement and Concrete Research*, 34 (2), 185-93.
- [44] M. Sahmaran, H.A. Christiano, IÖ. Yaman, 2006. Effect of chemical and mineral admixtures on the fresh properties of self-compacting mortars. *Cem Concr Compos*, 28(5):432–40.
- [45] N. Prakash, M. Santhanam, 2006. A study of the interaction between viscosity modifying agent and high range water reducer in self compacting concrete, *Measuring, Monit, Model Concr Prop*, Part-5, 449-54.
- [46] M. Saric-Coric, K.H. Khayat, Tagnit-Hamou, A., 2003. Performance characteristics of cement grouts made with various combinations of high-range water reducer and cellulose-based viscosity modifier. *Cem Concr Res*, 33:1999-2008.
- [47] E.P. Koehler, D.W. Fowler, 2007, Aggregates in self-consolidating concrete, Research report ICAR 108-2F, International Center for Aggregates Research (ICAR), The University of Texas at Austin
- [48] K. Nakamura, A. Tanaka. *Concrete Admixtures*, V.H. Dodson, ed., Chapman and Hall, 1990, 129-158.
- [49] T. Fantous, A. Yahia, 2019. Air-Void Characteristics in Highly Flowable Cement-Based materials, CONBUILDMAT-D-19-05641
- [50] H. Zhou, Z. Hu, D. Li, 2012. Mathematical models for the filling and packing simulation. In: H. Zhou (Eds), *Computer modeling for injection molding: Simulation, Optimization, and control*, (Chapter 3), 51-69.
- [51] M. Dinkgreve, M.M. Denn, D. Bonn. “Everything flows?”: elastic effects on startup flows of yield-stress fluids, *Springer, Rheol Acta* (2017) 56:189-194.  
<http://www.doi.org/10.1007/s00397-017-0998-z>
- [52] D.D. Magura (1996). *Air Void Analyzer Evaluation*. Construction Technology Laboratories. Inc., Report FHWA-SA-96-062, Washington, USA, 131.

## Chapitre 7 : Caractéristiques du réseau de bulles d'air dans les matériaux fluides à base de ciment

### Air-Void Characteristics in Highly Flowable Cement-Based materials

#### Auteurs et affiliations

Toufik Fantous: Candidat au doctorat, Département de Génie Civil, Université de Sherbrooke, 2500, Boulevard de l'Université, Sherbrooke (QC), J1K 2R1, Canada.

Ammar Yahia: Professeur associé, Département de Génie Civil, Université de Sherbrooke, 2500, Boulevard de l'Université, Sherbrooke (QC), J1K 2R1, Canada.

**Titre du journal :** Journal Construction and Building Materials (CBM) - Elsevier

**Statut :** Soumis le 14 juillet 2019

**Référence:** T. Fantous, A. Yahia, 2019. Air-Void Characteristics in Highly Flowable Cement-Based materials.

<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.117454>

## 7.1 Résumé

Le réseau de bulles d'air (RBA) dans les mélanges à base de ciment hautement fluide peut être affecté par la rhéologie, manutention et mise en place, ainsi que les méthodes d'essais. Une étude expérimentale a été menée pour investiguer les caractéristiques du RBA à l'aide de différentes méthodes d'essais. Les résultats d'essais ont montré que la norme ASTM C231 entraînait une teneur en air relativement plus élevée entre 0,6 et 2,3% par rapport aux autres méthodes. Dans le cas du facteur d'espacement, des différences de 98 à 150  $\mu\text{m}$  sont observées entre les méthodes d'essais ASTM C457-A, B, C et AVA. De plus, l'augmentation de la compacité granulaire tend à causer l'augmentation de la teneur en air. L'utilisation d'une grosseur nominale de granulat de 14 mm a entraîné une teneur en air plus élevée de 1,7% par rapport à une grosseur nominale de 20 mm. D'autre part, l'augmentation du rapport pâte/sable tend à causer la diminution de la teneur en air et augmenter la fraction de grosses bulles d'air. De bonnes corrélations entre les caractéristiques du RBA à l'état frais et durci sont proposées.

## 7.2 Abstract

The air-voids system (AVS) in highly flowable cement-base materials can be affected by the rheology of mixture, handling and casting processes, as well as the test methods. An experimental investigation has been conducted to investigate the characteristics of AVS using different test methods. Test results showed that the ASTM C231 resulted in relatively higher air content between 0.6 and 2.3 compared to other methods. In the case of spacing factor, differences from 98 to 150  $\mu\text{m}$  between ASTM C457-A, B, C, and AVA test methods, are observed. Moreover, the increase of packing density increased the air content. The use of 14-mm maximum size aggregate resulted in 1.7% higher air content compared to 20-mm aggregate. On the other hand, the increase in paste/sand ratio decreased the air content and increased the fraction of larger air bubbles. Good correlations between the characteristics of AVS of fresh and hardened state are proposed.

## Keywords

Air bubbles; Air-void system; Durability; Mortar; Packing density; Self-consolidating concrete; Spacing factor; Specific surface.

### 7.3 Introduction

Flowable cement-based materials, such as self-consolidating concrete (SCC), are advanced types of concrete that can flow through intricate geometrical configurations and consolidate under their own weight without vibration or segregation due to their excellent deformability. When subjected to freezing and thawing cycles, concrete can exhibit severe internal deterioration and/or frost-salt surface scaling in the presence of de-icing salts [1-4]. An adequate AVS must be ensured to protect the hydrated cement paste from the induced damages. The entrained-air bubbles serve as expansion vessels to accommodate the freezing of water in concrete, which is the main cause of cracking [1-2]. Typically, the size of air bubbles and the spacing factor ( $\bar{L}$ ) should range from 50 to 200  $\mu\text{m}$  and less than 200  $\mu\text{m}$ , respectively [5] to withstand the adverse exposure conditions. On the other hand, in accordance to the ACI 201.2R and ACI 211.1 recommendations, the spacing factor and specific area should be in the range of 100 to 200  $\mu\text{m}$  and 25 to 45  $\text{mm}^{-1}$ , respectively, to ensure good frost durability of concrete [6].

Achieving stable AVS having suitable air-void characteristics in SCC is a difficult task [7]. Indeed, the relatively easier movement of air-bubbles can induce their coalescence and rupturing, thus reducing the content of smaller air bubbles, which are the most efficient for frost durability. The stability of air-bubbles depends on many factors, including the mix proportions, rheology, aggregate grading, sand content, and the presence of admixtures. Higher workability allows better blending and capturing actions of air bubbles in the mixture, hence resulting in higher air content. On the other hand, the presence of admixtures improves the air-bubbles stability by modifying the surface charge of cement grains and providing attachment points. However, handling air-entrained SCC containing high-range water-reducer (HRWR) is critical, because HRWR can destabilize the entrained-air bubbles during mixing and transport without any significant variation of the total air content. This can therefore result in greater air bubbles larger than 500  $\mu\text{m}$  and a lower volume of voids smaller than 300  $\mu\text{m}$  [8-10]. For example, the



use of synthetic AEA in combination with polycarboxylate-based HRWR can result in higher volume of larger air-void bubbles [10]. On the other hand, in the case of highly fluid concrete, the air content in fresh state must be increased compared to conventional concrete to secure a comparable AVS. Other factors affecting the AVS's stability can include those related to the materials and mix design (binder type and content, aggregates, etc.), rheology of the matrix, transport, and pumping [11], as well adequacy of the measurement methods.

Different test methods are used to assess the air content in fresh and hardened concrete. Some of the commonly used tests include the pressure [12], volumetric [13], and the gravimetric [14] methods. These test methods have considerable advantages, but also limitations that may influence their usefulness and adequacy of measurements. For example, although their practical use on construction sites, the tests used to assess the air content in fresh concrete (ASTM C231, EN-413, and ASTM C185) indicates whether the targeted air volume is achieved, but do not provide information on the characteristics of hardened AVS [15]. On the other hand, the measured air voids do not provide any indication on the size of air-bubbles, hence can not to distinguish between desirable entrained and undesirable entrapped air. Furthermore, these available test methods do not account for the effects of placing and consolidating processes that can affect the quality of AVS, hence complicating the design of adequate AVS in SCC [7, 11]. The ASTM C231 test method underestimates the air content of freshly mixed concrete [16-17], because of difficulty to detect small air-bubbles subject to relatively higher pressures. On the other hand, the air content in hardened concrete can differ from that measured on fresh concrete [12-13]. This is attributed to the stability of air bubbles during transportation, casting processes, and consolidation of concrete.

The RapidAir system based on an automatic analysis of the AVS can be used to assess air content in hardened concrete. This test based on petrographic analysis use an optical microscope and linear traverse or point counting methods according to the ASTM C457-B specifications [6]. It has been developed and validated in an international Round Robin study [15]. Although this test provides more accurate results than those obtained on fresh concrete, it is tedious and requires a skilled operator, while the results are not available in real time before concreting. Furthermore, inherent difficulties associated with its repeatability are reported [6]. This is

mainly due to criteria used to identify the phases (paste, aggregate, and air) and the loss of air-bubbles that are filled with hydrates, such as the ettringite and portlandite [15]. The relative difference between results obtained using ASTM C457-A and B, as well as ASTM C231 test methods can reach 2% [18-19].

Recently, new test methods, including AVA and SAM were used to determine the effective fraction of air bubbles and their spacing factor, respectively, in fresh cement based. Although the AVA method allows determination of the volumetric and fractional distribution of air bubbles, the measured air content is generally 2% lower than those given by the other test methods. This is mainly attributed to the program integrated into the AVA equipment which only counts air bubbles less than 2 mm [19-21]. It is reported that the AVA showed acceptable variability compared to ASTM C231 and ASTM C457 test methods [22]. On the other hand, the SAM test method, standardized under AASHTO TP118 specifications, consists in applying different pressures of 14.5, 30 and 45 Psi to allow determination of the air content and SAM number, which correlates with the standard spacing factor [23-25]. However, the SAM number seems to have a better correlation with the durability results (AASHTO T161 / ASTM C666) than with the spacing factor (ASTM C457). The acceptance criteria consist of an air content greater than 5% and a SAM number less than 0.2 Psi [23-24].

The main objective of this investigation is to carry out a comparative evaluation of different test methods to determine the air-void characteristics of fresh and hardened highly-flowable concrete. The investigated test methods include the mini-air meter for mortar in accordance to the European EN-413 standard, ASTM C185, ASTM C231, SAM, AVA, and the ASTM C457 method, including Procedures A, B and C. These methods were evaluated for their efficiency to evaluate the characteristics of AVS, including total air content, air-bubble distributions, spacing factors, and specific surface. In addition, correlations between the air-void characteristics of fresh and hardened concrete mixtures are highlighted. This can contribute in identifying a proper test method to reduce the operator subjectivity and increase repeatability of test measurements, hence providing higher level of quality control to design adequate hard AVS for durability purposes.

## 7.4 Experimental program

### 7.4.1 Materials and test procedures

The investigated self-consolidating concrete (SCC) and mortar mixtures were systematically formulated using a ternary blended binder (TerC<sup>3</sup>), composed of 75% of general use cement (GU), 20% fly ash (FA), and 5% silica fume (SF), and a water-to-binder ratio (w/b) of 0.385. A compatible synthetic air-entraining agent (AEA) was used at an optimum dosage to secure a proper AVS of the investigated mixtures. On the other hand, the effect of two different HRWR types, including a polycarboxylate (PC) and a polynaphtalene (PNS)-based HRWR, on stability of the AVS was also evaluated.

SCC mixtures were proportioned using different sizes of crushed limestone aggregate of 10, 14, and 20 mm. The specific gravities of these aggregate types are 2.70, 2.72, and 2.73, respectively. The coarse aggregates were combined in different proportions to ensure various grading distributions and packing density values. The packing density of aggregate was determined using three different test methods, including the ASTM C29 [26], the intensive compaction tester (ICT), and the BetonLab methods [27]. On the other hand, a well-graded siliceous sand with specific gravity of 2.65 and finesse modulus of 2.38, respectively, was used. The sand and coarse aggregate contents were combined to optimize the granular skeleton.

The investigated test methods include the pressure-meter method (ASTM C231), AVA, ASTM C457 procedures A, B, and C, and SAM method. In the case of mortars, the mini-air meter conforming to the EN-413 specifications, standard test method for air content of hydraulic cement according to the ASTM C185, and the AVA were used. It is worthy to mention that the AVA test was conducted using 20 cm<sup>3</sup> of mortar samples extracted from fresh concrete using a syringe according to the recommended test procedures [28]. This method is referred to the Danish method [20, 28-29] and is based on the air-bubbles weighting to evaluate the characteristics of AVS of fresh concrete. This method uses Stokes' law to determine the size of air bubbles based on their raising rate through the column of liquid. The larger bubbles arise faster. The accumulated air-bubbles at the top portion of the cylinder allow determining the variation of the buoyancy force with time. The measured weight of air bubbles at a given time

interval is used to assess the distribution of air-bubbles size by referring to the physical principle governing the rise of air-bubbles in the column of liquid. This method was reported to be perfectly suited to evaluate the AVS of conventional concrete [20, 28-29]. For example, the comparative analysis conducted by the Federal Highway Administration FHWA showed very acceptable deviations between the AVA results and those obtained using the ASTM C457 method [29].

## 7.4.2 Mixture proportioning

### a. SCC mixtures

The mixture proportions of the investigated SCC are summarized in Table 7.1. All the investigated mixtures were proportioned with a sand-to-aggregate ratio of 0.50, by volume, a comparable paste content, and two different paste/sand ratios (P/S). The SCC mixtures were proportioned with two different maximum sizes of aggregate ( $\phi_{\max}$ ), corresponding to 14 and 20 mm, and different packing density values. A sulfonate-polynaphtalene (PNS) HRWR was incorporated to improve workability of SCC mixtures. For each SCC mixture, the HRWR and AEA dosages were optimized to achieve a slump flow of  $680 \pm 30$  mm and an air content between 5 and 8%. It is worthy to mention that the characteristics of AVS was evaluated on SCC mixtures at rest to simulate the static mode (Fig. 7.1).

Table 7. 1. Mixture proportion of SCC mixtures (w/b = 0.385)

	Packing density (ICT)	Binder (kg/m <sup>3</sup> )	Water (kg/m <sup>3</sup> )	Sand (kg/m <sup>3</sup> )	Coarse aggregate (kg/m <sup>3</sup> )			Admixtures (ml/100 kg of binder)		Paste/Sand	Paste volume (%)	P/A
					10 mm	14 mm	20 mm	PNS	AEA			
SCC1	0.630				0	880.0		1 786				5.1
SCC2	0.645	420	162	867	176.6	704.0		1 696	47.6	0.92	32	4.7
SCC3	0.676				706.6	176.0		1 607				4.4
SCC4	0.619				513.4	170.5	170.5	1 629				7.4
SCC5	0.659	445	171	840	171.1	511.5	170.5	1 573	44.9	1.00	33	6.2
SCC6	0.702				171.1	341.0	341.0	1 545				6.1



Figure 7. 1. SCC samples at static mode used to evaluate the evolution of air bubbles

The concrete mixtures were mixed in batches of 40 liters using an open-pan mixer. The mixing sequence consisted of homogenizing the coarse aggregate and sand for 1 minute before introducing 1/3 of the mixing water. The remaining water along with the HRWR and AEA were then introduced. The concrete was mixed for an additional 2 minutes.

#### **b. Mortars mixtures**

The effect of paste-to-sand ratio (P/S) and HRWR type on the characteristics of the entrained AVS, the behavior of air-bubbles in fluid mortar mixtures, i.e. without the coarse aggregate, was evaluated. The mixture proportions of the investigated mortars mixtures are summarized in Table 7.2. Similarly to the SCC mixtures, the mortars were proportioned with a constant water-to-binder ratio (w/b) of 0.385 and the TerC<sup>3</sup> blended cement. The effect of two different types of HRWR, including a polycarboxylate (PC) and a sulfonate-polynaphtalene (PNS), on the characteristics of AVS of mortar was evaluated. The investigated mortars mixtures were mixed in batches of 2 liters using a Hobart mixer. The mixing sequence consisted of homogenizing the sand for 30 sec before introducing 1/3 of the mixing water. After 2 minutes of mixing, the AEA along with the HRWR were introduced, and the mortar was mixed for an additional 2 minutes. The mixing and testing were conducted in a controlled room temperature of  $22 \pm 2^\circ\text{C}$ . For each mortar mixture, the HRWR dosage was optimized to ensure a slump flow between 260 and 280 mm.

Table 7. 2. Mixture proportion of the investigated fluid-mortar mixtures (w/b = 0.385)

	Binder TerC <sup>3</sup> (g)	Paste volume (ml)	Sand (g)	Admixtures (ml/100 kg of binder)			Paste/Sand
				PC	PNS	AEA	
Mortar 1	1 208	873	2 613	1 267	-	48	0.885
Mortar 2	1 208	876		-	1 507		0.888
Mortar 3	1 272	918	2 477	1 266	-	47	0.982
Mortar 4	1 272	921		-	1 431		0.986

## 7.5 Results and discussions

The characteristics of fresh mortar and SCC as well as hardened SCC mixtures are summarized in Tables 7.3 and 7.4, respectively. The SCC mixtures were proportioned using coarse aggregate of different packing density.

Table 7. 3. Fresh properties and AVS characteristics of fresh mortar and SCC mixtures

HRWRSlump flow (mm)T <sub>50</sub> (sec)Density (kg/m <sup>3</sup> )					Fluid mortar mixtures		SCC mixtures								AVA-3000 (0 min)					
					ASTM C185 (%)	EN-413 (%)	ASTM C231 (%)			SAM										
							0 min	30 min	60 min	0 min		30 min		60 min						
										Air (%)	SAM number (Psi)	Air (%)	SAM number (Psi)	Air (%)						SAM number (Psi)
SCC1	PNS	685	2.0	2340		6.2	5.4	4.9	5.3	0.37	4.7	0.54	4.2	0.62	4.1	3.4	2.7	198	20.4	
SCC2	PNS	680	2.5	2320		6.8	6.1	5.7	6.4	0.35	5.9	0.46	5.5	0.84	4.5	3.8	3.3	188	22.7	
SCC3	PNS	675	3.0	2320		7.2	6.7	6.4	6.7	0.29	6.4	0.35	6.3	0.44	5.0	4.4	3.8	118	31.8	
SCC4	PNS	695	2.0	2390		4.5	3.7	3.4	4.2	0.57	3.5	0.67	3.2	0.77	2.5	1.1	1.1	231	19.2	
SCC5	PNS	680	2.5	2355		5.3	4.6	4.2	4.8	0.52	4.2	0.58	4.0	0.69	3.5	2.4	1.7	191	24.3	
SCC6	PNS	670	3.0	2350		5.5	4.8	4.6	5.0	0.41	4.8	0.47	4.1	0.67	3.7	2.9	2.2	134	27.5	
Mortar 1	PC	280		2225	5.0	4.8								4.2	3.4	3.0	89	40.1		
Mortar 2	PNS	260		2180	6.9	7.2								4.4	3.8	3.4	141	29.5		
Mortar 3	PC	265		2230	4.7	4.4								3.8	3.5	2.3	122	34.1		
Mortar 4	PNS	270		2170	5.2	5.5								4.1	3.6	2.5	74	49.5		

Table 7. 4. Characteristics of the hardened AVS of SCC mixtures

	ASTM C457 (0 min)								
	Procedure A			Procedure B			Procedure C		
	Air (%)	$\bar{L}$ (μm)	$\alpha$ (mm <sup>-1</sup> )	Air (%)	$\bar{L}$ (μm)	$\alpha$ (mm <sup>-1</sup> )	Air (%)	$\bar{L}$ (μm)	$\alpha$ (mm <sup>-1</sup> )
SCC1	5.6	303	14.7	5.6	261	18.8	5.6	229	17.5
SCC2	6.4	272	15.0	5.9	254	22.3	6.2	211	18.9
SCC3	6.6	268	15.2	6.2	151	25.0	6.5	187	21.4
SCC4	5.1	372	12.1	4.4	279	17.8	5.0	274	14.6
SCC5	5.2	285	15.0	4.9	261	19.7	5.3	252	16.0
SCC6	5.4	270	15.3	5.2	188	22.9	5.5	236	16.9

### 7.5.1 Air-void characteristics of SCC mixtures

The variation of air content and air-void distributions of the investigated SCC mixtures are shown in Figs. 7.2 and 7.3, respectively.

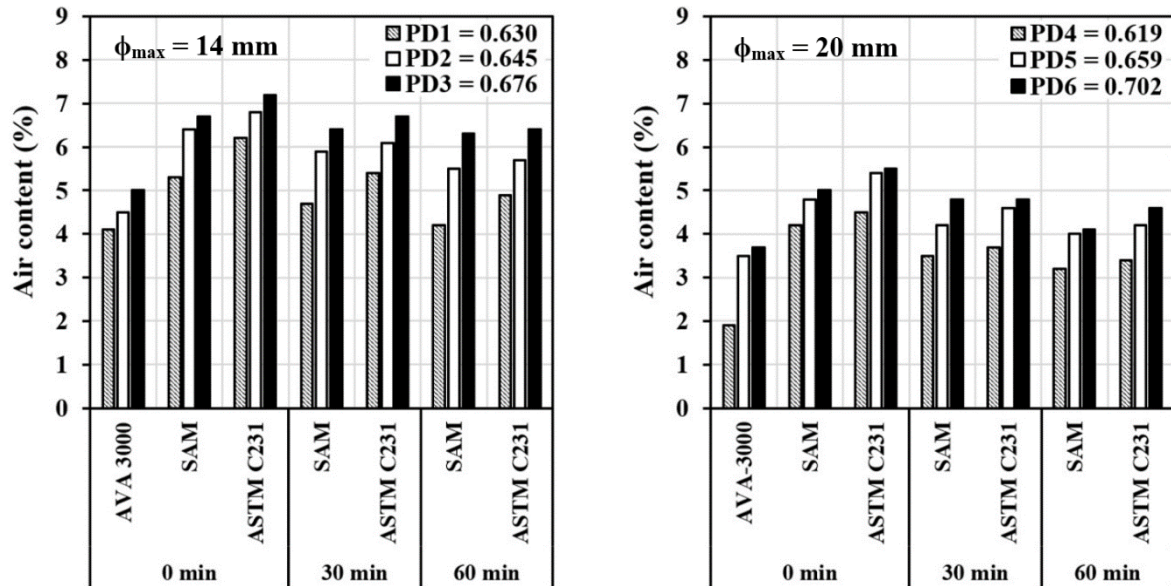


Figure 7. 2. Air content of the investigated SCC mixtures at different times after mixing

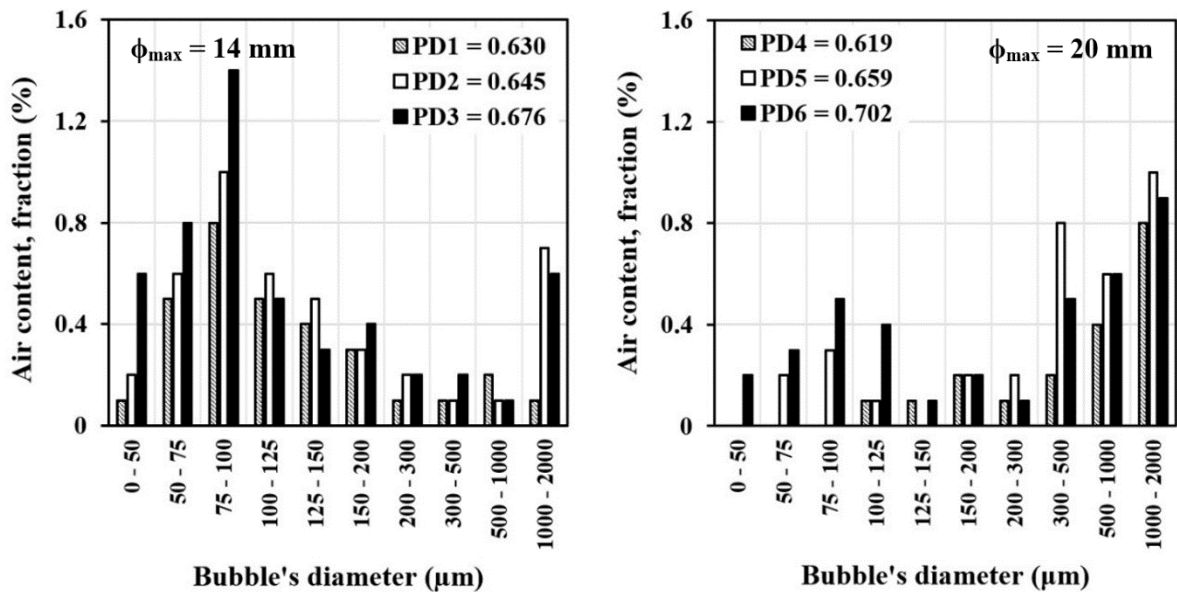


Figure 7. 3. Distribution of the air bubbles determined using the AVA method (0 min)



As can be observed, the use of ASTM C231 test method resulted in relatively higher air content, by up to a means value of 0.5 to 2%, than the SAM and AVA test method, regardless of the packing density of the granular skeleton and the maximum size of aggregate (Fig. 7.2). For example, the SCC mixture proportioned with the lowest packing density and 14-mm coarse aggregate showed an air content of 6.2% measured using the ASTM C231 method. In the case of SAM and AVA methods, the measured air content was 5.3 and 4.1%, respectively. The use of AVA method resulted in the lowest air content, regardless of the packing density and maximum size of aggregate. Indeed, the use of AVA resulted in 2% lower air content compared to the other test methods (Fig. 7.4). This is probably due to the algorithm built in the AVA test apparatus, which eliminates automatically the air bubbles greater than 2 mm, hence resulting in lower total air volume. This is consistent with findings reported by Magura [20]. It is worthy to mention that the used tests resulted in comparable air reduction with time (up to 60 min).

The use of aggregate with better packing density resulted in higher air content, regardless of the test method in use. For example, in the case of SAM method, the air content increased from 5.3 to 6.4 and 6.7% when the packing density increased from 0.630 to 0.645 and 0.676 for SCC made with 14-mm aggregate. This trend was also observed after 30 and 60 min after the initial contact between cement and water. Furthermore, the use of higher packing density aggregate resulted in better air stability. For example, the air content of SCC mixture proportioned with the lowest packing density (0.630) decreased by 13% (from 6.2% to 5.4%) after 30 min and 21% (from 6.2% to 4.9%) after 60 min after mixing. In the case of the highest packing density, the decrease was limited to 7% (from 7.2% to 6.7%) and 11% (from 7.2% to 6.4%) after 30 and 60 min, respectively. These air contents were determined using the ASTM C231 method.

The use of higher packing density aggregate resulted in higher fraction of smaller air bubbles (less than 100  $\mu\text{m}$ ). Indeed, the volume fraction of air bubbles less than 100  $\mu\text{m}$  increased from 0.8 to 1.0%, and 1.4% by increasing the packing density from 0.630 to 0.646, and 0.676, respectively. The compactness of the granular skeleton contributes in reducing the interstitial porosity between the aggregates and prevents the air bubbles rise to reach the surface. Moreover, the decrease in inter-particle distance contribute in isolating the air bubbles from each other, which tends to eliminate their coalescence. The increase in packing density tends also to protect,

by confinement, the air bubbles from coalescence, especially when the concrete is left in a stationary state.

The SCC mixtures proportioned with 14-mm coarse aggregate resulted in with higher air content than those made with 20-mm coarse aggregate, regardless of the packing density and test method in use. For example, in the case of SCC3 and SCC6 mixtures (highest packing density), the increase in size of aggregate from 14 and 20 mm reduced the air content from 7.2% to 5.5%. Furthermore, the use of 14-mm maximum size of coarse aggregate resulted in higher fraction of air bubbles less than 300  $\mu\text{m}$  compared to those obtained with 20-mm size. Indeed, in the case of 20-mm coarse aggregate SCC, larger air bubbles greater than 500  $\mu\text{m}$  were obtained, especially those of size 1000  $\mu\text{m}$ . This is probably due to the improved stacking effect of aggregate caused by the size, distribution, and texture of particles to produce dense skeleton [27, 29, 31]. Indeed, smaller bubbles can fit into the interstices and escape the friction and shear caused by aggregate, while larger can be more exposed. This can cause the deformation or destruction of the larger diameter air-bubbles.

#### **7.5.1.1 Correlation between air-void systems at fresh and hardened states**

The fresh and hardened air-void systems were compared in terms of the total air content, spacing factor ( $\bar{L}$ ), and the specific surface of air bubbles. The relationship between the fresh and hardened air content is presented in Fig. 7.4. On the other hand, the correlations between the spacing factor and specific surfaces of air bubbles are shown in Figs. 7.6 and 7.7, respectively. The air content of freshly mixed SCC mixtures was determined using the ASTM C231 method. On the other hand, the air-void characteristics of SCC mixtures sampled at different ages (up to 60 min) after the initial contact between water and cement are considered for comparison purposes. These characteristics were determined using two different test methods, the AVA and ASTM C457-B test methods.

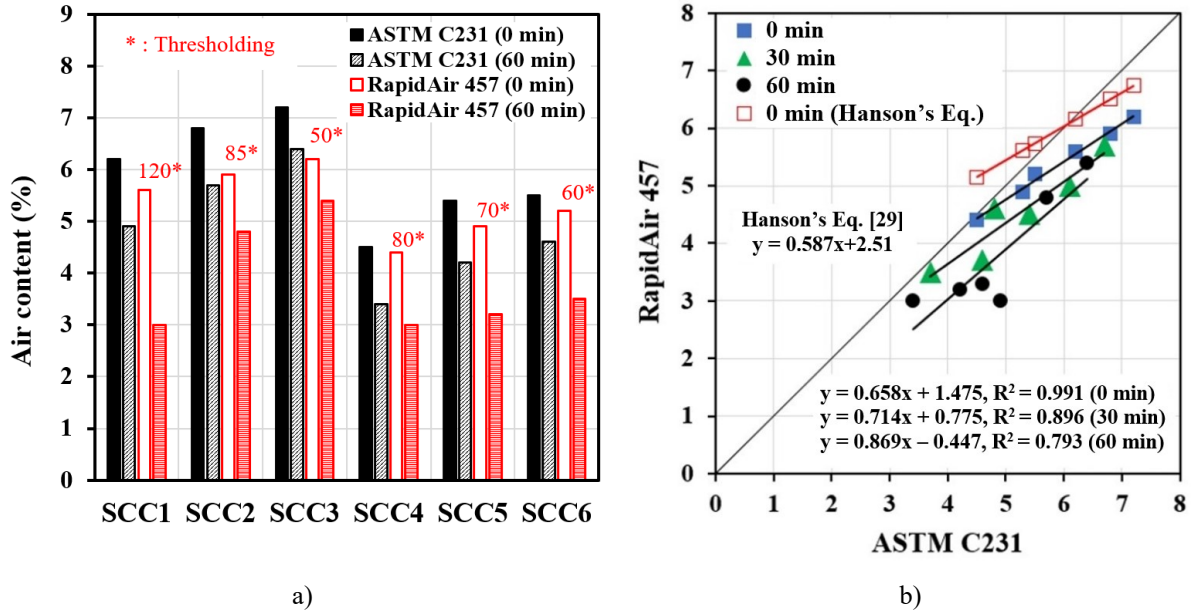


Figure 7. 4. Correlation between fresh and hardened air content of SCC mixtures

As can be observed in Fig. 7.4-a, the air content determined on fresh SCC (ASTM C231) are higher than those determined on hardened samples (RapidAir 457). The highest difference of approximately 1% was obtained with SCC3. This reflect the good stability of air bubbles of the investigated mixtures. It is worthy to mention that the threshold values used for this analysis varies between 50 and 120. The value of this parameter must be properly selected by the operator considering the air content at fresh state to ensure consistent hardened air content. The correlations between the air content of freshly mixed and hardened SCC (Fig. 7.4-b) were established. The obtained models to estimate the hardened air content as functions of those determined at fresh concrete at 0, 30, and 60 min of age are given in Eqs. 7.1, 7.2 and 7.3, respectively. These models are similar to the Hanson model [29] developed for conventional concrete.

$$\text{RapidAir @ 0 min (\%)} = \text{PlasticAir @ 0 min (\%)} * 0.658 + 1.475 \quad (R^2 = 0.991) \quad (7.1)$$

$$\text{RapidAir @ 30 min (\%)} = \text{PlasticAir @ 30 min (\%)} * 0.714 + 0.775 \quad (R^2 = 0.896) \quad (7.2)$$

$$\text{RapidAir @ 60 min (\%)} = \text{PlasticAir @ 60 min (\%)} * 0.869 - 0.447 \quad (R^2 = 0.793) \quad (7.3)$$

A high correlation coefficient  $R^2$  of 0.991 is obtained in the case of initial air content (i.e. 0 min), in which the mean value of spread between the two measurements and coefficient of variation of 1% and 0.2% were observed, respectively. These results are consistent with those obtained on conventional concrete, where the hardened air content is 0.6 to 2% lower than that the fresh air content [19, 29]. The initial air content determined on freshly mixed SCC are used to predict the air content of the corresponding hardened SCC considering the Hanson model (Fig. 7.4-b) and a high correlation coefficient was observed. However, when considering air content determined after 30 and 60 min of age, lower correlation coefficients were observed. This may be due to the instability of the air content with time.

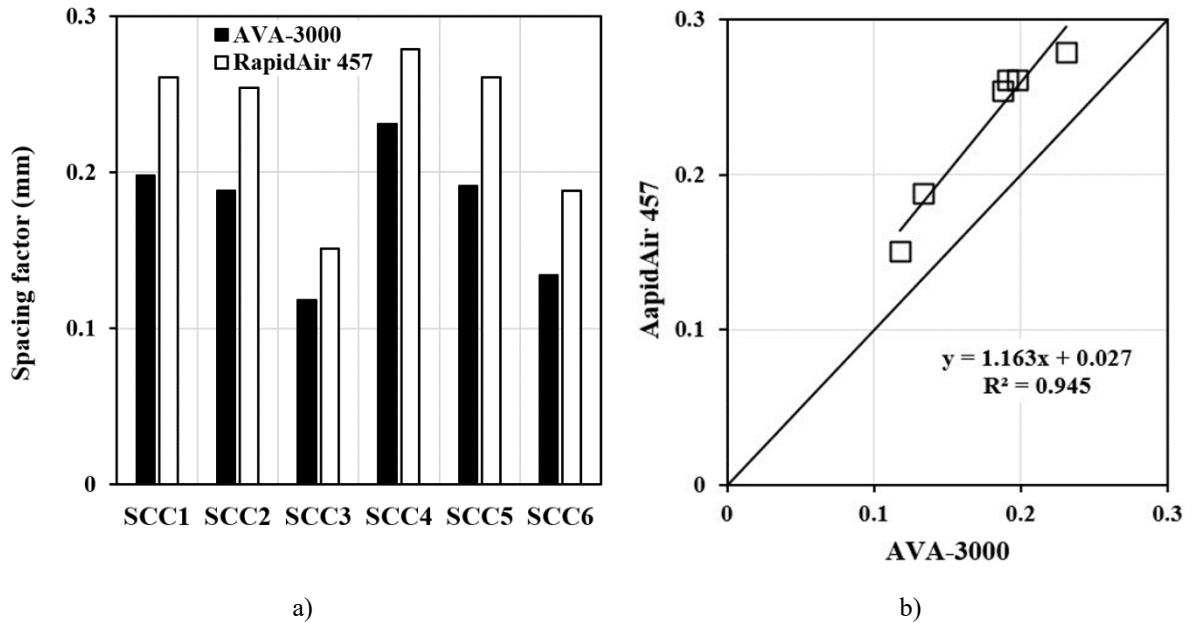


Figure 7. 5. Variation of spacing factor of the investigated SCC mixtures immediately after mixing

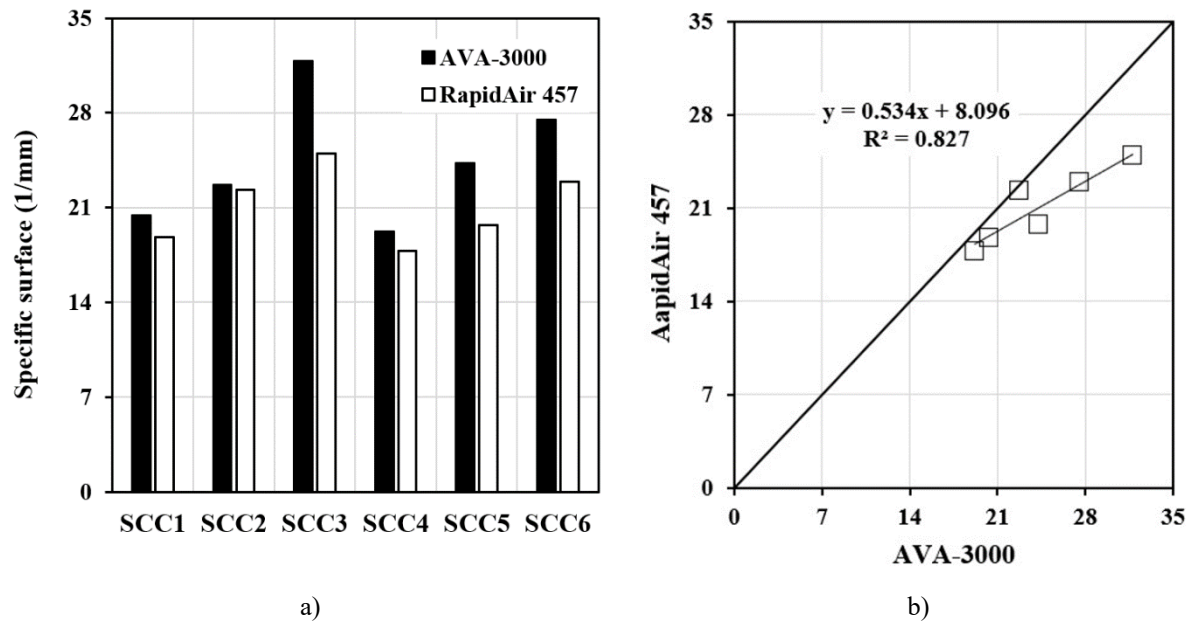


Figure 7. 6. Variation of specific surface of SCC mixtures sampled (0 min)

In terms of the spacing factor (Fig. 7.5), the RapidAir method (ASTM C457-B) resulted in higher  $\bar{L}$  values than those measured using the AVA, regardless of the type of SCC. The  $\bar{L}$  values obtained using the RapidAir test method are higher than the ASTM limit of 200  $\mu\text{m}$ , except for SCC3 and SCC6 mixtures. In the case of AVA test method, lower  $\bar{L}$  values between 120 and 230  $\mu\text{m}$  were obtained despite the lower measured fresh air contents. Indeed, the variation of spacing factor between AVA and ASTM C457-B are ranging from 21 (231 vs. 279  $\mu\text{m}$ ) to 40% (134 vs. 188  $\mu\text{m}$ ) was noted. On the other hand, the AVA test method resulted, in general, in relatively higher specific surface values (2 to 27%) than those obtained with the ASTM C457-B test method (22.7 vs. 22.3  $\text{mm}^{-1}$ , and 31.8 vs. 25  $\text{mm}^{-1}$ ). The differences between AVA (fresh state) and ASTM C457-B (hardened state) can be due to expected variations in the characteristics of the AVS during the hardening process. For examples, from fresh to hardened state, the average of spacing factor increases from 177 (AVA) to 232  $\mu\text{m}$  (RapidAir), while the average of spacing surface decreases from 24.3 to 21.1  $\text{mm}^{-1}$ .

The difference in spacing factor values observed with the ASTM C457 Procedures A and C are between 0.033 and 0.098 mm, while those observed between the ASTM C457 Procedure A and the AVA test methods are between 0.084 and 0.150 mm. In the case of AVA, this variation can reach up to 40%. In addition, the variation in  $\bar{L}$  values obtained with ASTM C457 Procedures

A and B are between 0.018 and 0.117 mm, which represent a variation between 6.6 and 43.7%, respectively. It should be noted that the higher variation was observed with SCC mixtures incorporating larger coarse aggregate particles of 20 mm. For example, the mixtures SCC4-6 showed relatively higher spacing factor values than those of SCC1-3. In addition to the maximum size of aggregate (14 vs. 20 mm), this can also be due to the relatively higher paste/sand ratio (P/S) of SCC4-6 mixture compared to SCC1-3.

The difference of specific surface between the ASTM C457-A and AVA vary between 5.7 and 16.6%. This is mainly due to the high sensitivity of the AVA [32]. The increase in packing density contributed in reducing the spacing factor through a better stability of air bubbles. For example, in the case of concrete made with 14-mm maximum coarse aggregate (SCC1-3), the increase in packing density from 0.630 to 0.676 resulted in decreasing the AVA  $\bar{L}$  values from 198 to 118  $\mu\text{m}$ . The relationships between fresh and hardened  $\bar{L}$  and specific surface ( $\alpha$ ) values are given in Eq. 7.4 and 7.5, respectively.

$$\text{RapidAir 457 } \bar{L} (\mu\text{m}) = \text{Fresh } \bar{L} (\mu\text{m}) * 1.163 + 0.027 \quad (R^2 = 0.945) \quad (7.4)$$

$$\text{RapidAir457 } \alpha (\text{mm}^{-1}) = \text{Fresh } \alpha (\text{mm}^{-1}) * 0.534 + 8.096 \quad (R^2 = 0.827) \quad (7.5)$$

In general, the highest variations were observed with SCC mixtures proportioned with the highest P/S ratios (SCC4, 5, and 6). In the case of mixtures proportioned with lowest P/S ratios, the variation in air content after 30 and 60 min vary between 0.5 - 0.8% and 0.8 - 1.1%, respectively. A higher variation of 1.3% is observed after 60 min with SCC1 mixture. This may be due to its loose packing density, hence resulting in higher interstices between sand particles allowing free movement of air bubbles and, therefore, promote their coalescences.

### 7.5.1.2 Stability of the AVS in SCC mixtures

#### a. Stability of air contents with time

The variation of air content of fresh concrete at rest with time was evaluated, as shown in Fig. 7.1. The obtained results are summarized in Table 7.5.

Table 7. 5. Stability of the air content with time

	Reduced of air content (%)					VR (%)			
	ASTM C231		SAM			ASTM C231		SAM	
	PD (ICT)	After 30 min	After 60 min	After 30 min	After 60 min	After 30 min	After 60 min	After 30 min	After 60 min
SCC1	0.630	-0.8	-1.3	-0.6	-1.1	-12.9	-21.0	-11.3	-20.8
SCC2	0.646	-0.7	-1.1	-0.5	-0.9	-10.3	-16.2	-7.8	-14.1
SCC3	0.676	-0.5	-0.8	-0.3	-0.4	-6.9	-11.1	-4.5	-6.0
SCC4	0.619	-0.8	-1.1	-0.7	-1.0	-17.8	-24.4	-16.7	-23.8
SCC5	0.659	-0.7	-1.1	-0.6	-0.8	-13.2	-20.8	-12.5	-16.7
SCC6	0.702	-0.7	-0.9	-0.2	-0.9	-12.7	-16.4	-4.0	-18.0

In general, both ASTM C231 and SAM test methods resulted in very comparable results, regardless of the type of SCC. As can be observed, higher reduction in air content was observed in the case of SCC mixtures proportioned with 20-mm maximum size aggregate than that observed with 14-mm, regardless of the test method. For example, in the case of SCC3 proportioned with 14-mm coarse aggregate and higher packing density, the reduction of air content (ASTM C231) at 30 and 60 min was 6.9 and 11.1%, respectively. In the case of SCC6 proportioned with 20-mm coarse aggregate and highest packing density, these reductions were 12.7 and 16.4%. On the other hand, for a given coarse aggregate size, the use of aggregate with better packing density contributed in limiting the reduction in air content up to 60 min. The reduction in air content resulted in higher spacing factor (Fig. 7.7). Although this effect was evaluated on relatively small height, it is anticipated that this effect will be greater in taller concrete elements. Indeed, the air bubbles can undergo deformations induced by the weight of concrete, which can destabilize them.

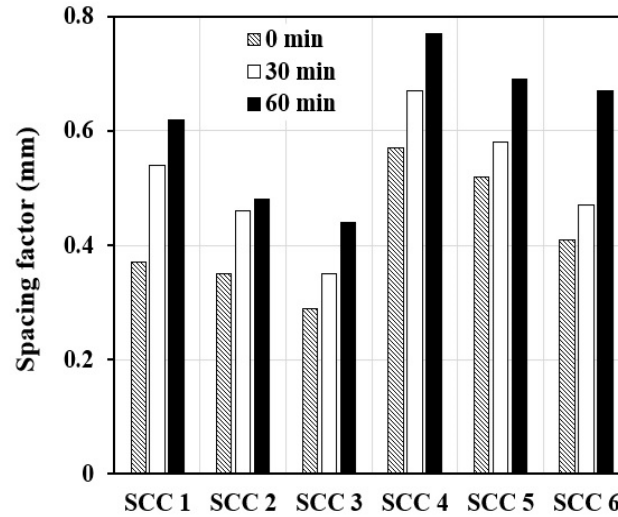


Figure 7. 7. Variation of the spacing factor of the investigated SCC mixtures

#### b. Variation of $A_{300}$ between fresh and hardened state

As expected, there is a variation in the AVS between fresh to hardened concrete states. A quantitative evaluation of the fractional distribution of air bubbles according to their size was undertaken (Fig. 7.8). The variation in the fraction of effective air bubbles of various SCC mixtures is summarized in Table 7.6.



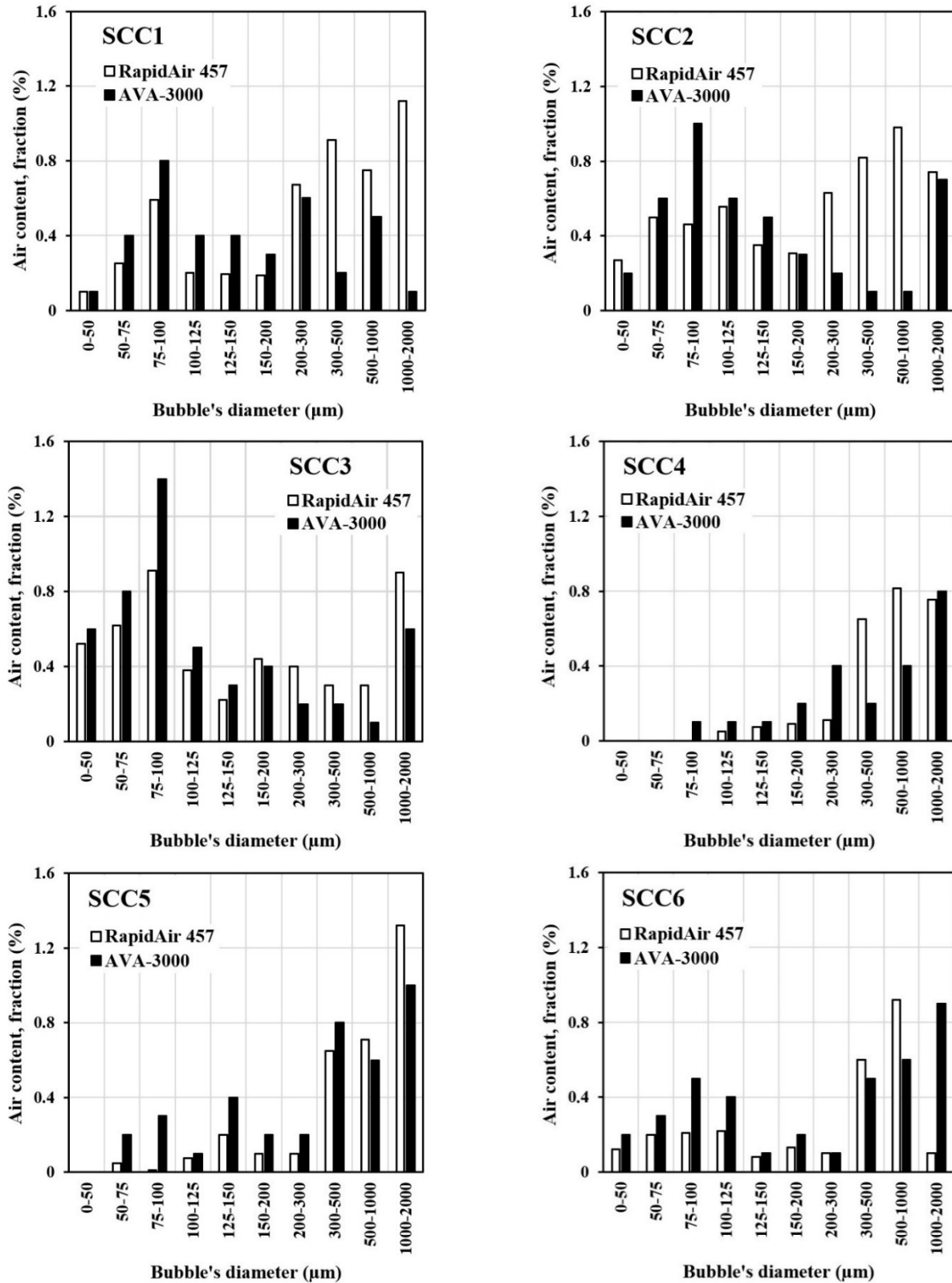


Figure 7. 8. Distribution of the size of air-bubbles of various SCC mixtures (0 min)

Table 7. 6. Comparison between effective air fraction of fresh and hardened states

	Air bubbles less than 300 $\mu\text{m}$ , $A_{300}$ (%)		$\Delta$ (%)
	AVA-3000 fresh state (0 min)	ASTM C457-B hardened state	
SCC1	65.9	44.1	21.8
SCC2	73.3	54.7	18.6
SCC3	76.0	70.0	6.0
SCC4	44.0	17.4	26.6
SCC5	48.6	26.3	22.3
SCC6	59.5	41.1	18.4

As can be observed, smaller air bubbles were formed and stabilized in the case of SCC mixture proportioned with 14-mm maximum size aggregate. The greatest variation was obtained with SCC mixture proportioned with maximum size aggregate of 20-mm and higher lower Paste/Sand ratio (i.e. SCC4-6). In this case, the size of air bubbles reached up to 2 000  $\mu\text{m}$ , regardless of the packing density of aggregate. Furthermore, for a given type of SCC mixture, the increase in packing density of coarse aggregate resulted in lowering the variation of air-bubbles characteristics from fresh to hardened state. Indeed, the lowest variation of 6% was obtained with SCC3 proportioned with 14-mm maximum size aggregate and the highest packing density. On the other hand, the increase in packing density from 0.630 to 0.676 resulted in decreasing the air bubbles larger than 300  $\mu\text{m}$  from 2.8% to 1.5% in the case of 14-mm coarse aggregate. In the case of 20-mm coarse aggregate, greater variation up to 27% (SCC4) is observed. SCC mixture proportioned with 14-mm coarse aggregate (SCC1-3) showed 66 and 76% of effective 300  $\mu\text{m}$  of air bubbles, while in the case of 20-mm mixtures (SCC4-6), this fraction was limited between 44 and 60%. This is due to the relatively lower stacking effect of coarser particles, hence allowing coalescence of air bubbles.

As can be observed in Fig. 7.9, the effective fraction of air bubbles of fresh concrete is higher than that of the hardened one. It is worthy to mention that the AVA test method allows recording only the air bubbles below 2 000  $\mu\text{m}$ , while the RapidAir 457 method captures the existing air bubbles in the matrix, regardless of their size.

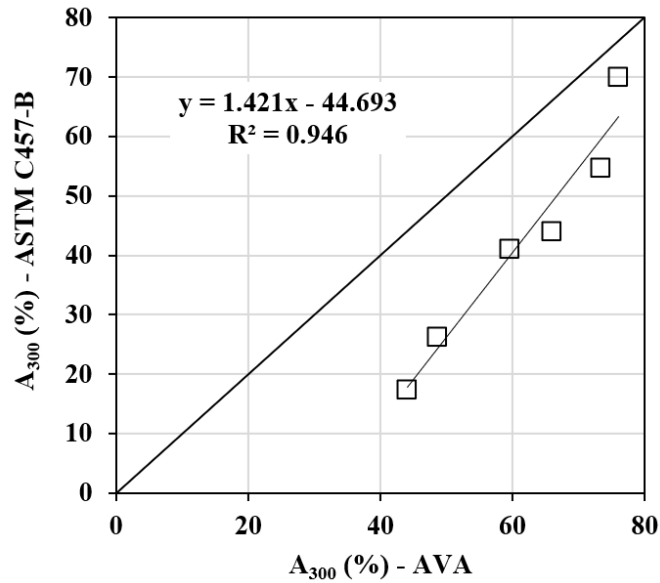


Figure 7. 9. Correlation of air bubbles A300 between fresh (0 min) and hardened state

### 7.5.2 Air-void characteristics of fluid mortar mixtures

As mentioned in the previous section, the past/sand ratio showed great effect on AVS, but in the presence of coarse aggregate. The characteristics of the AVS in mortar were evaluated to better appreciate the effect of paste/sand ratio. The variations of the air content and distributions of diameters of air-bubbles are shown in Fig. 7.10 and 7.11, respectively.

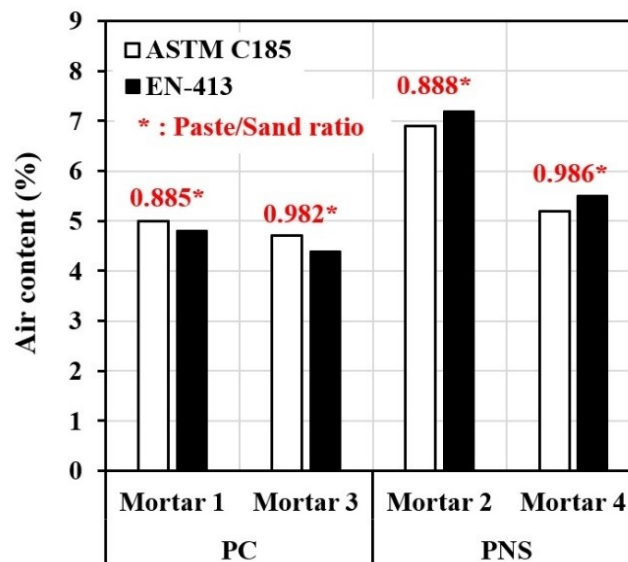


Figure 7. 10. Influence of paste/sand ratio (P/S) on the air content of mortar mixtures

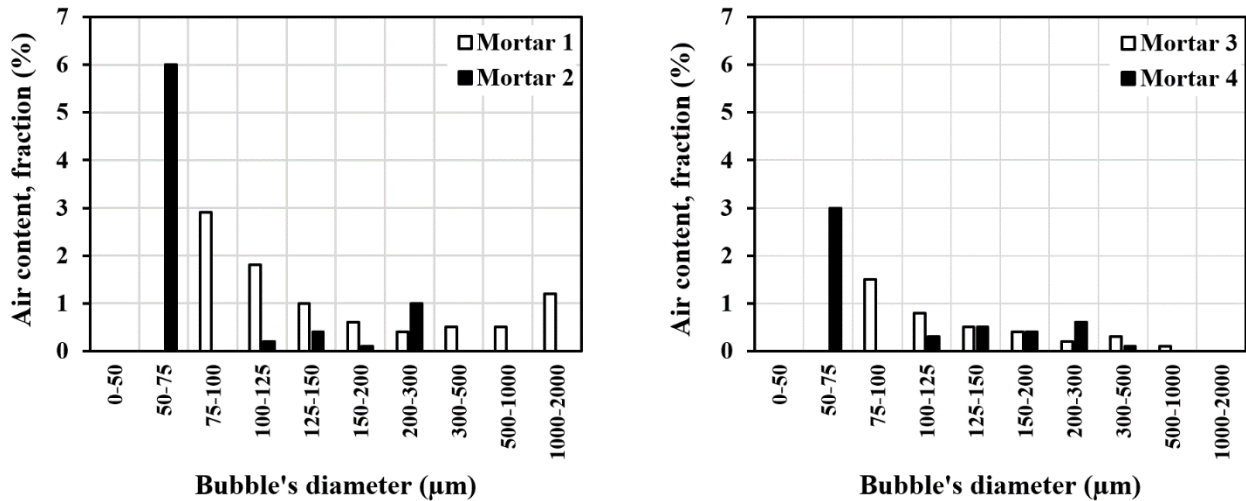


Figure 7. 11. Distribution of the air bubbles in mortar mixtures

As can be observed in Fig. 7.10, the ASTM C185 and EN-413 test methods resulted in comparable air content (difference less than 0.5%). However, the AVA test method resulted in lower air content by up to 2%. On the other hand, test results revealed that mortar mixtures proportioned with a lower paste/sand (higher sand content) achieved relatively higher air content, regardless of the test method in use. This difference is much pronounced with mixtures made with PNS type. This can be probably due to the higher sand content, especially the middle-size fraction between 150 and 600  $\mu\text{m}$ , which are the most effective in trapping air-bubbles between sand particles. The sand particles serve as a physical barrier to stop the movement and rise of air bubbles to the surface by improving the compactness of the matrix and increasing the confinement effect on air bubbles, hence improving their stability. The sand particles less than 150  $\mu\text{m}$  may have negligible effect, because their sizes are closes to the largest air bubbles. For a fixed volume of mortar, decreasing the sand content inevitably results in higher paste volume. This contributes, therefore, in decreasing the inter-particles voids and air content [33]. Another factor that explain the decrease in air volume is the fixed dosage of AEA used for increasing binder contents, thus resulting in lower concentration of AEA. It is well reported that when the binder content increase, the quantity of AEA should be adjusted to achieve a given air content [34].

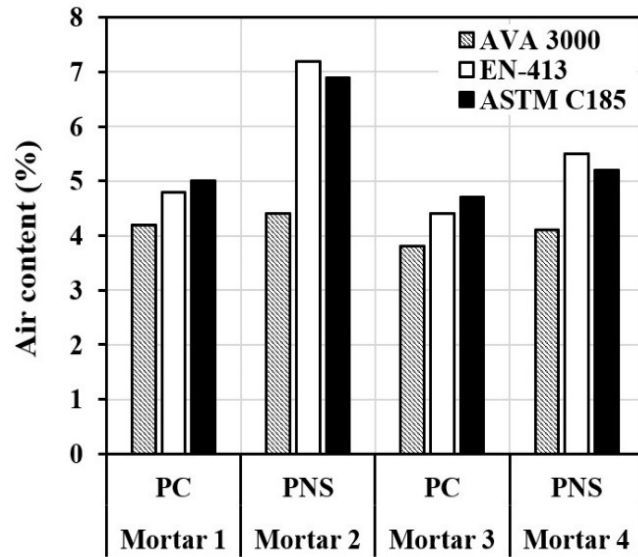


Figure 7. 12. Variation in the air contents of the mortar mixtures

The mortar mixtures containing PNS-based HRWR showed relatively higher air content (from 20 to 33%) than those made with PC type. For example, in the case of mortars proportioned with low paste/sand ratio, the use of PNS resulted in comparable air volumes of 7.2 and 6.9% using the mini air-meter and ASTM C185 method, respectively. In the case of mixtures made with PC type, lower air volumes of 4.8 and 5.0%, respectively, were obtained, but the AVA test method resulted in relatively lower values. In the case of mixtures made with PC HRWR, the investigated test methods showed relatively comparable air content (less than 1% variation), except the AVA which showed the lowest air content. Furthermore, the air contents measured using the AVA test method were very comparable, regardless of the paste/sand ratios (Fig. 7.12). This test is not able to capture the air bubbles larger than 2 000  $\mu\text{m}$ , which are probably the most affected by the type of HRWR. This suggests that the use of PC HRWR type generate higher fraction of larger air bubbles, which could not be measured using the AVA. This can also be due to the disturbances that may result from extraction and transferring the sample into the cylinder.

The use of PNS type resulted in smaller air-bubbles between 50 and 300  $\mu\text{m}$  compared to 300 and 2 000  $\mu\text{m}$  (Fig. 7.11), which are relatively higher than those obtained with PC type, regardless of the paste content. It is well established that the type of HRWR can destabilize the air bubbles without any significant variation in the total air content [9]. For example,

polynaphthalene and melamine-based HRWR types are preferred than new generation of PC-based HRWR to ensure better air-system characteristics, especially in the case of highly fluid mixtures. On the other hand, the polycarboxylate, polycarboxylic ether, and acrylate-based new generation HRWR types can induce a significant increase in the air-content [15], mostly larger air-bubbles.

### 7.5.3 Comparative evaluation of different test methods

As can be observed in Fig. 7.13, the ASTM C231 and SAM methods showed comparable air volume of the investigated SCC mixtures. Indeed, immediately after mixing, the use of ASTM C231 allows to measure an air content between 4.5 and 7.2%, while the SAM method resulted in air content between 4.2 and 6.7%. Former studies reported that such difference is around 10% [30]. In addition, the use of ASTM C231 and ASTM C457 Procedures A and C resulted in less than 0.6% difference between the measured air content values. This is comparable with the values reported in literature [7]. On the other hand, the difference in air content between the ASTM C231 and AVA can attain 2.3%.

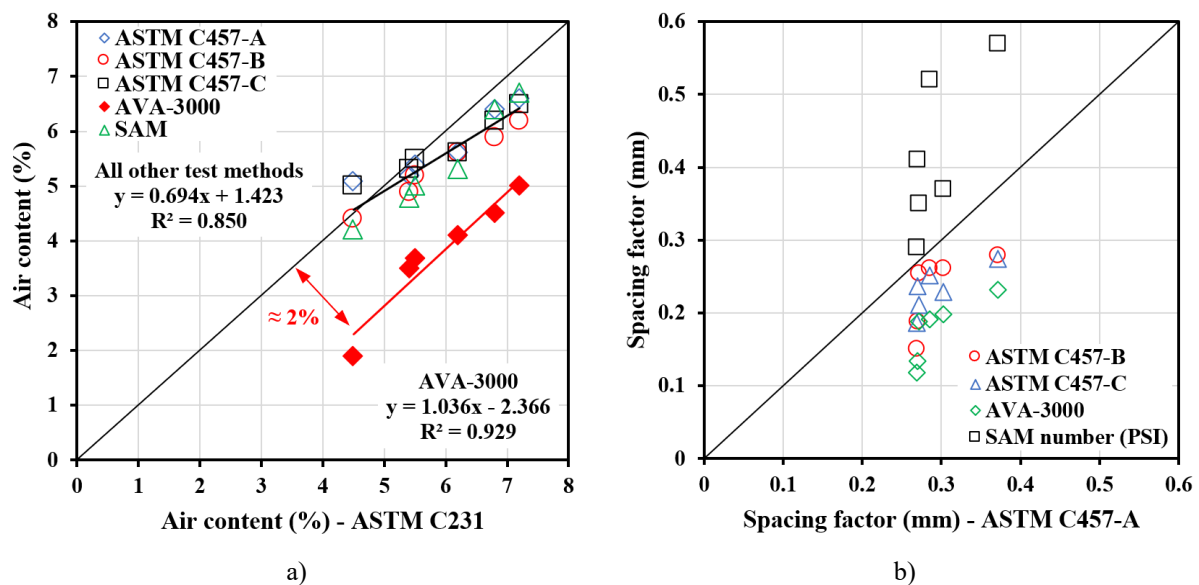


Figure 7. 13. Comparison between all test methods, a) air content and b) spacing factor

The variations in air content and spacing factor results measured immediately after mixing using different investigated tests were compared (Tables 7.7-7.9). The statistical analysis results

(Table 7.8) revealed the insensitivity of the AVA to quantify the air content of flowable mixtures. This is reflected by higher coefficient of variation (COV) of 21.6 to 28.4% compared to the other test methods. Furthermore, the AVA method provides 2% lower air content compared to the ASTM C231, SAM, and the three ASTM C457 Procedures A, B, and C, which provide comparable air content with mean values between 5.4 and 5.9% and COV between 10.0 and 17.9%.

In the case of spacing factor, the use of SAM method resulted in relatively higher values, exceeding the value of 0.2 Psi (Table 7.9). It is worthy to mention that according to the manufacturer's recommendations, the SAM number value of 0.2 should be used as the acceptance limit for the durability of the concrete, which corresponds exactly to the limit required by ASTM C457 (0.2 mm) [35-36]. On the other hand, the AVA method allowed the lowest spacing factor values compared to the other test methods. The AVA showed moderate to higher COV, which vary between 30.9 to 49.5% compared to other methods. The three ASTM C457 Procedures A, B, and C showed smaller COV variations which vary between 17.2 to 20.5%.

The discrepancy observed between the investigated test methods reflect the dependence of the measured characteristics on the selected test method. It is important for the end-users to be aware about the relative differences between the available test methods to ensure proper characterization in the laboratory and adequate quality control on construction site.

Table 7. 7. Total air content and spacing factor values of the investigated SCC mixtures

	Air content (%)						Spacing factor (mm)				
	ASTM C231	ASTM C457			AVA -3000	SAM	ASTM C457			AVA -3000	SAM number (Psi)
		A	B	C			A	B	C		
SCC1	6.2	5.6	5.6	5.6	4.1	5.3	0.303	0.261	0.229	0.198	0.37
SCC2	6.8	6.4	5.9	6.2	4.5	6.4	0.272	0.254	0.211	0.188	0.35
SCC3	7.2	6.6	6.2	6.5	5.0	6.7	0.268	0.151	0.187	0.118	0.29
SCC4	4.5	5.1	4.4	5.0	2.5	4.2	0.372	0.279	0.274	0.231	0.57
SCC5	5.3	5.2	4.9	5.3	3.5	4.8	0.285	0.261	0.252	0.191	0.52
SCC6	5.5	5.4	5.2	5.5	3.7	5.0	0.270	0.188	0.236	0.134	0.41
Means	5.9	5.7	5.4	5.7	3.9	5.4	0.295	0.232	0.232	0.177	0.42
Min.	4.5	5.1	4.4	5.0	2.5	4.2	0.270	0.151	0.187	0.118	0.29
Max.	7.2	6.6	6.2	6.5	5.0	6.7	0.372	0.261	0.252	0.231	0.57

Table 7. 8. Statistical analysis of the air contents

Comparison by Testing Method		Statistical analysis				Significance of difference between test results
		Variance	Standard deviation	VR (%)	COV (%)	
ASTM C231	ASTM C457-A	0.70	0.84	3.4	14.5	No
ASTM C231	ASTM C457-B	0.78	0.89	8.5	15.8	No
ASTM C231	ASTM C457-C	0.66	0.82	3.4	14.1	No
ASTM C231	SAM	1.02	1.01	8.5	17.9	No
ASTM C231	AVA-3000	1.94	1.39	33.9	28.4	Yes
ASTM C457-A	ASTM C457-B	0.42	0.65	5.3	11.7	No
ASTM C457-A	ASTM C457-C	0.33	0.57	0.0	10.0	No
ASTM C457-A	SAM	0.63	0.80	5.3	14.4	No
ASTM C457-A	AVA-3000	1.44	1.20	31.6	21.6	Yes
ASTM C457-B	ASTM C457-C	0.37	0.61	5.6	11.0	No
ASTM C457-B	SAM	0.63	0.79	0.0	14.6	No
ASTM C457-B	AVA-3000	1.14	1.07	27.8	23.0	Yes
ASTM C457-C	SAM	0.59	0.77	5.3	13.9	No
ASTM C457-C	AVA-3000	1.37	1.17	31.6	24.4	Yes
SAM	AVA-3000	1.39	1.18	27.8	25.4	Yes

Table 7. 9. Statistical analysis of spacing factor

Comparison by Testing Method		Statistical analysis				Significance of difference between test results
		Variance	Standard deviation	VR (%)	COV (%)	
ASTM C457-A	ASTM C457-B	0.0030	0.054	21.4	20.5	No
ASTM C457-A	ASTM C457-C	0.0022	0.047	21.4	17.8	No
ASTM C457-A	AVA-3000	0.0054	0.073	40.0	30.9	Yes
ASTM C457-B	ASTM C457-C	0.0016	0.040	0.0	17.2	No
ASTM C457-B	AVA-3000	0.0028	0.053	23.7	25.9	No
ASTM C457-C	AVA-3000	0.0021	0.045	23.7	22.0	No
SAM number results > 0.2 (limit value)		-				Yes

## 7.6 Conclusions

The characteristics of air-void systems of flowable mixtures, such as self-consolidating concrete and mortar mixtures, were investigated using different test methods. Based on the results presented in this paper, the following concluding remark can be pointed out:

1. The ASTM C231 method resulted in higher air content compared to the SAM, ASTM C457 test methods. On the other hand, the AVA method resulted in 2% lower air content compared to the other test methods. The spacing factor values obtained using the ASTM C457 test method were higher than those obtained using the AVA.



2. The use of high packing density aggregate resulted in higher air content and lower spacing factor, and better stability of air bubbles in highly flowable mixtures.
3. The SCC mixtures proportioned with 14-mm coarse aggregate showed higher air content (up to 1.7%) than those made with 20-mm, regardless of the packing density of aggregate and test method in use. On the other hand, higher loose of air content up to 1.3%, measured using the ASTM C231, was observed after 60 min of age in the case of 20-mm aggregate SCC.
4. The use of higher packing density aggregate ensured more effective air bubbles less than 300  $\mu\text{m}$  and stable air-voids system up to 60 min. Indeed, the decrease in air content was limited to 7% and 11% after 30 and 60 min, respectively. However, the use of 20-mm aggregate resulted in greater fraction of air bubbles larger than 1000  $\mu\text{m}$ .
5. The mortar mixture proportioned with lower paste/sand ratio and PNS HRWR achieved higher air content than those proportioned with higher paste/sand ratio and PC HRWR types. The AVA test method seems to be less sensitive to the variation of air bubbles in highly fluid mortar, especially in the case of those incorporating PC HRWR type, which induce higher fraction of larger air bubbles.
6. The air content of the freshly mixed concrete differs slightly from that of the hardened concrete. In terms of the air content, this difference is about  $\pm 0.6\%$ .
7. Good correlations between the air content and characteristics of entrained air bubbles of fresh and hardened concrete are established.

## 7.7 Acknowledgment

The authors wish to thank the financial support of the National Science and Engineering Research Council of Canada (NSERC) and the 8 industrial partners participating in the NSERC Chair on Development of Flowable Concrete with Adapted Rheology and their Application in Concrete Infrastructures, held by Professor Ammar Yahia at the Université de Sherbrooke.

## 7.8 References

- [1] T.C. Powers, R.A. Helmuth, 1953. Theory of volume changes in hardened Portland-cement paste during freezing, Proceedings of the Highway Research Board, Vol.32, 285-297.

- [2] T.C. Powers, 1949. The air requirement of frost-resistant concrete, Proceedings of the Highway Research Board, Vol. 29, 184-211.
- [3] G.G. Litvan, 1978. Freeze-Thaw durability of porous building materials, Durability of building materials and components, ASTM STP 691, 455-463.  
<https://doi.org/10.1520/STP36080S>
- [4] R. Gagné, M. Pigeon, P.C. Aitcin, 1990. Durabilité au gel des bétons de haute performance mécanique, Matériaux et Constructions, RILEM, vol. 23, n° 134, 103-109.  
<https://doi.org/10.1007/BF02472569>
- [5] P.K. Mehta, P.J.M. Monteiro, 1993. Concrete: Microstructure. Properties. and Materials. 2nd Edition, The McGraw-Hill Companies, Inc., 548.
- [6] ASTM C457/C457M-16, Standard Test Method for Microscopical Determination of Parameters of the Air-Void System in Hardened Concrete, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2016, [www.astm.org](http://www.astm.org)
- [7] D.A. Whiting, A.N. Nagi, 1998. Manual on control of Air content in concrete, 42.
- [8] K.H. Khayat, J. Assaad, 2002. Air-Void Stability in Self-Consolidating Concrete. ACI Material Journal, V.99, No.4, July-August 2002, 408-416.
- [9] F. Saucier, M. Pigeon, P. Plante, 1990. Air-void Stability. Part III: Field tests of superplasticized concretes. ACI Material Journal. V. 87. N., 1. Jan-Feb. 1990, 3-11.
- [10] E. Seibel, 1989. Air-Void Characteristics, Freezing, and Thawing Resistance of Superplastized Air-Entrained concrete with High Workability, Superplasticizer and other chemical admixtures in concrete, SP-119, ACI, 1989, 297-320.
- [11] M. Pigeon, R. Pleau, 1995. Durability of Concrete in Cold Climates. Chapter 6, 129-153.
- [12] ASTM C231/C231M-17a, Standard Test Method for Air Content of Freshly Mixed Concrete by the Pressure Method, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017, [www.astm.org](http://www.astm.org)
- [13] ASTM C173/C173M-16, Standard Test Method for Air Content of Freshly Mixed Concrete by the Volumetric Method, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2016, [www.astm.org](http://www.astm.org)
- [14] ASTM C138/C138M-17a, Standard Test Method for Density (Unit Weight), Yield, and Air Content (Gravimetric) of Concrete, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017, [www.astm.org](http://www.astm.org)
- [15] U.H. Jakobsen, C. Pade, N. Thaulow, D. Brown, S. Sahu, O. Magnusson, S. De Buck, G. De Schutter, 2006. Automated air void analysis of hardened concrete -a Round Robin study, Cement and Concrete Research 36 (2006) 1444-1452. <http://doi:10.1016/j.cemconres.2006.03.005>
- [16] P. Ram, T. Van Dam, L. Sutter, G. Anzalone, K. Smith, 2012. Field Study of Air Content Stability in the Slipform Paving Process, WHPR 0092-11-06, Wisconsin Department of Transportation, Madison, WI. <http://doi:10.3141/2408-07>
- [17] D. Whiting, D. Stark, 1983. Control of air content in concrete, National cooperative highway research program report 258, Construction Technology Laboratories A Division of the Portland Cement Association, Skokie, Illinois.
- [18] J. Carlson, L. Sutter, K. Peterson, T. Van Dam, 2005. An update on application of a flat-bed scanner for performing ASTM C457, Michigan Tech Transportation Institute Michigan Tech University Houghton, MI – USA
- [19] P.G. Bly, L.A. Ventrini (2013). Evaluation of the Air Void Analyzer, Geotechnical and Structures Laboratory, Final report ERDC/GSL TR-13-31, US Army Corps of Engineers.
- [20] D.D. Magura (1996). Air Void Analyzer Evaluation. Construction Technology Laboratories. Inc., Report FHWA-SA-96-062, Washington, USA, 131.
- [21] M.A. Glinicki, 2014. Methods of qualitative and quantitative assessment of concrete air entrainment, Cement, Wapno, Beton 2014 (6):359-369
- [22] K. Wang, M. M. Metwally, F. Bektas, J. Grove, 2008. Improving variability and precision of the Air-Void Analyzer (AVA) test results and developing rational specification limits. Publication Number DTFH-61-06-H-00011, W23. Washington, DC: U.S. Department of Transportation, Federal Highway Administration.

- [23] M.T. Ley, 2015. Update on the SAM and the Box Test. Presentation. Fall 2015 Meeting of the National Concrete Consortium, Milwaukee, WI
- [24] T. Van Dam, 2016. Ensuring Durability of Concrete Paving Mixtures-Part II: Test Methods, Federal Highway Publications, FHWA-HIF-16-034.
- [25] M. Dabrowski, M.A. Glinicki, K. Dziedzic, A. Antolik, 2019. Validation of sequential pressure method for evaluation of the content of microvoids in air entrained concrete, *Construction and Building Materials* 227 (2019) 116633
- [26] ASTM C29/C29M-17a, Standard Test Method for Bulk Density (Unit Weight) and Voids in Aggregate, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017, [www.astm.org](http://www.astm.org)
- [27] F. De Larrard, T., Sedran, 2007. Le logiciel BétonlabPro 3. Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées no 270-271, France, 75-85.
- [28] F. Buyle-Bodin, E. Wiroquin, F. Brahiti, M. Sudret, 1998. Fabrication du béton. Evolution du béton à air entrainé. Validation de l'appareil Air Void Analyser. Paris : IREX, Béthune : Université d'Artois, Laboratoire mécanique et habitat LAMH, LREP d'Autun, juil. 1998, 31.
- [29] T.D. Hanson, 2012. Evaluation of the RapidAir 457 Air Void Analyzer, Final Report for MLR-12-01, Highway Division, Iowa Department of Transportation, 52.
- [30] M.T. Ley, B. Tabb, 2013. Development of a robust field technique to quantify the air-void distribution in fresh concrete (Report No. OTCREOS9.1-31-F). Stillwater, Oklahoma Transportation Center.
- [31] F. De Larrard, 1999. Structures granulaires et formulation de béton, *Ouvrage du Laboratoire des Ponts et Chaussées (LCPC)*, 414.
- [32] J. Tanesi, H. Kim, M. Beyene, and A. Ardani, 2015. Super Air Meter for Assessing Air-Void System of Fresh Concrete, *Advances in Civil Engineering Materials* 5, no. 2 (2016): 22-37. <https://doi.org/10.1520/ACEM20150009>
- [33] S.H. Kosmatka, B. Kerkhoff, C.W. Panarese, N.F. MacLeod, R.J. McGrath (2004). Design and Control of Concrete Mixtures, Cement Association of Canada, EB101, 7th Edition, Ontario, Canada, 368.
- [34] R. Gagné, 2016. Air entraining agents, Chapter 17. Editor(s): Pierre-Claude Aïtcin, Robert J Flatt, *Science and Technology of Concrete Admixtures*, Woodhead Publishing, 2016, 379-391.
- [35] J. Vosahlik, K.A. Riding, D. Feys, W. Lindquist, L Keller, S. Van Zetten, B. Schulz, 2018. Concrete pumping and its effect on the air void system, *Materials and Structures*, 51:94. <https://doi.org/10.1617/s11527-018-1204-1>
- [36] M.T. Ley, D. Welchel, J. Peery, S. Khatibmasjedi, J. LeFlore, 2017. Determining the air-void distribution in fresh concrete with the Sequential Air Method. *Construction and Building Materials* 150 (2017) 723-737. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.06.037>

# Chapitre 8 : Conclusion générale et perspectives

## 8.1 Conclusions générales

L'objectif principal de cette étude était de rechercher expérimentalement et numériquement l'influence de plusieurs paramètres sur la stabilité du réseau de bulles d'air (RBA). Ces analyses ne se limitaient pas à comparer seulement les teneurs en air, comme constaté dans plusieurs études antérieures. Elles sont également basées sur l'étude des autres caractéristiques du RBA, telles que le facteur d'espacement, la surface spécifique et la fraction d'air efficace. De plus, les points de similitudes et de différences, en matière de stabilité du RBA, entre l'état frais et durci sont discutés. Ceci nous a permis de proposer des modèles de corrélations entre ces principaux facteurs (teneur en air, facteur d'espacement, surface spécifique et fraction d'air efficace) entre ces deux états. D'autre part, les avantages et les limitations de plusieurs méthodes d'essais (ASTM C213, SAM, AVA-3000, ASTM C457-A, B et C, ASTM C185 et EN-413) sont également présentés par l'entremise d'une analyse statistique comparative. Parmi les principaux facteurs abordés dans cette étude, nous citons notamment la rhéologie, les systèmes d'adjuvants, les modes de cisaillement, le squelette granulaire, la compacité et la taille maximale des granulats, le rapport pâte/sable, la teneur en alcalis et la tension de surface. Ce projet de recherche nous a permis donc de dresser un bilan exhaustif sur l'importance relative des différents paramètres influençant le réseau d'air dans le béton.

### 8.1.1 Évaluation de l'influence du comportement rhéologique

- L'effet de la rhéologie a été étudié en considérant trois viscosités distinctes (faible, modérée et élevée) à travers lesquelles l'évolution des caractéristiques du RBA a été évaluée. La plus faible viscosité a généré un réseau d'air instable, avec un très grand facteur d'espacement et une faible fraction d'air efficace. Tandis qu'une grande viscosité

a engendré un RBA stable avec un facteur d'espacement, une surface spécifique et une fraction d'air efficace adéquats.

- Les mélanges ayant de grandes viscosités ont présenté une meilleure cohésion et une stabilité supérieure, sans ségrégation, comparativement aux autres mélanges.
- Le facteur temps (après 30 et 60 min) semble grandement affecter les mélanges formulés avec une faible viscosité, alors que ceux produits avec une viscosité élevée n'ont été que très peu affectés.
- Les résultats ont également montré que l'intensité du cisaillement tend à influencer différemment le comportement des bulles d'air, et ce, dépendamment de la rhéologie des mélanges. Les mélanges ayant une viscosité élevée, malgré qu'ils soient fortement cisailés, n'ont été que très peu affectés.
- Même si le béton est au repos (coulé dans les coffrages, c.-à-d. statique), il continue de perdre de l'air. Toutefois, sa perte d'air est moins importante que s'il est transporté (c.-à-d. mode semi-statique) et elle l'est encore moins que s'il est pompé (c.-à-d. mode dynamique). Les valeurs des teneurs en air diminuent en modes statique, semi-statique et dynamique de respectivement 2,3, 2,7 et 3,5 %.

*La rhéologie semble jouer un rôle très important dans la stabilité du RBA, la prise en compte de ce paramètre dans les formulations futures ne serait que bénéfique pour la durabilité des bétons. Toutefois, il serait opportun de trouver un consensus et/ou un équilibre optimal entre fluidité et rhéologie, autrement dit déterminer une rhéologie adaptée, selon les besoins, pour chaque type de béton.*

### 8.1.2 Évaluation de l'influence des systèmes d'adjuvants

- L'effet des adjuvants a été évalué sur la base de 3 différentes combinaisons, à savoir PNS-AEA, PC-AEA et PC-AEA-VMA. L'investigation a permis de constater que le choix du type de SP employé est impliqué dans la stabilisation ou la déstabilisation du RBA (taille des bulles, leur comportement, etc.). Par exemple, les PNS ont tendance à performer relativement mieux que les PC, car les mélanges formulés avec un PNS

produisent plus de petites bulles d'air (fraction d'air efficace, c.-à-d. bulles d'air  $\leq 300 \mu\text{m}$ ) qu'avec un PC. De ce fait, les adjuvants peuvent influencer la taille des bulles d'air.

- La combinaison PC-AEA-VMA est celle qui contribue le mieux à la stabilité du RBA, car le réseau de bulles d'air des mélanges formulés avec ce système d'adjuvants ne semble que très peu affecté comparativement aux autres mélanges. Les VMA améliorent la rhéologie des mélanges en augmentant leurs viscosités, ce qui tend à préserver la stabilité et la flottabilité des bulles d'air.
- Comme à la section précitée, la teneur en air tend à évoluer proportionnellement avec les modes de cisaillement. Avec une faible viscosité, la perte maximale, en matière de teneur en air, en modes statique, semi-statique et dynamique est de respectivement 2,3, 2,7 et 3,5 %. Tandis, qu'avec une viscosité élevée cette perte tend à ne pas dépasser respectivement 1,5, 1,9 et 2,5 %.

*Le choix d'un système d'adjuvants adéquat représente une étape cruciale dans la stabilité du RBA et, par le fait même, celle de la durabilité du béton. Il est souvent recommandé aux producteurs de tester leurs combinaisons d'adjuvants en laboratoire avant de procéder aux formulations à grande échelle.*

### 8.1.3 Évaluation de la réponse des caractéristiques du réseau de bulles d'air dans les bétons fluides

- L'investigation s'est réalisée sur plusieurs mélanges de mortiers et de bétons ayant différentes propriétés. Les diverses méthodes d'essais (ASTM C231, SAM, ASTM C457-A, B et C, ASTM C185 et EN-413) peuvent présenter des écarts, en ce qui concerne la teneur en air, pouvant varier entre 0,2 et 0,5 %. Malgré ce faible intervalle d'écart, chacune de ces méthodes présente une certaine limitation. La méthode AVA-3000 est celle qui présente un plus grand écart égal à approximativement 2 %, dû notamment à l'algorithme intégré à l'appareil qui ne permet de mesurer que les bulles d'air inférieures à  $2\,000 \mu\text{m}$ .
- La performance d'une méthode d'essai pour mesurer un paramètre donné ne certifie pas que celle-ci serait performante pour les autres paramètres. Par exemple, la méthode AVA

est celle qui présente les plus faibles teneurs en air. Néanmoins, elle est celle qui donne le plus faible facteur d'espacement. Ceci confirme que la teneur en air et les autres caractéristiques tendent à évoluer différemment. Autrement dit, une teneur en air adéquate ne rime nécessairement pas avec un bon facteur d'espacement et vice-versa.

- Les résultats ont également montré que la compacité granulaire et la taille maximale des granulats ont eu un effet direct sur la stabilité du RBA. L'augmentation de la compacité tend à améliorer le comportement des bulles d'air, ce qui contribue dans la stabilité du RBA. Les mélanges ayant une grande compacité (dense) sont ceux qui ont présenté des caractéristiques adéquates et stables. Tandis que pour les mélanges lâches (faible compacité), leurs caractéristiques étaient médiocres. De ce fait, l'utilisation de granulats ayant un empilement ou un tassement granulaire élevé contribue dans la stabilité du RBA, car ceci tend à réduire la porosité du mélange ce qui permet d'emprisonner physiquement les bulles d'air (barrière physique) réduisant voire empêchant leurs déplacement, coalescence et échappement.
- Les mélanges formulés avec des granulats ayant une grosseur maximale de 14 mm ont présenté des caractéristiques meilleures que celles obtenues avec les mélanges produits avec des granulats dont la grosseur maximale est de 20 mm. Ainsi, la taille maximale des granulats représente un facteur important dans la stabilité du RBA.
- Le facteur temps (après 30 et 60 min) semble grandement affecter les mélanges lâches, alors que les mélanges denses n'ont été que très peu affectés.
- De bonnes corrélations ont été obtenues, pour les caractéristiques de même nature, entre l'état frais et durci.

***Les différentes méthodes d'essais présentent des limitations qui peuvent influencer les résultats obtenus. De plus, la compacité granulaire et la taille maximale des granulats tendent à influencer la stabilité du RBA. Un choix judicieux pourrait réduire et/ou éliminer les désagréments qui peuvent affecter le RBA.***

### 8.1.4 Évaluation de l'influence des alcalis

- L'effet des alcalis a été investigué sur plusieurs mélanges de mortiers ayant différentes teneurs en alcalis, à savoir  $\text{CaCO}_3$ , GU,  $\text{TerC}^3$ , PdV, 25PdV-75 $\text{TerC}^3$ , 50PdV-50 $\text{TerC}^3$ , 75PdV-25 $\text{TerC}^3$ . La teneur en air tend à augmenter avec l'augmentation de la teneur en alcalis jusqu'à un pourcentage en alcalis de 6,9 %, obtenu avec le mélange 50PdV-50 $\text{TerC}^3$ , où la teneur en air avait atteint une valeur de 22,5 %. Cependant, au-delà de cette valeur (6,9 %), la teneur en air tend à diminuer.
- Les mélanges ayant une faible teneur en alcalis (0,53 et 0,85 %, c.-à-d. les mélanges formulés respectivement avec les liants GU et  $\text{TerC}^3$ ) sont les seuls à présenter des facteurs d'espacement adéquats ( $\leq 200 \mu\text{m}$ ). Sans exception, tous les mélanges incorporant la PdV ont produit des facteurs d'espacement élevés. Autrement dit, ce type de liant ne permet de produire majoritairement que de grosses bulles d'air (fraction d'air efficace très faible à nulle).
- Le liant composé de poudre de verre (PdV) influence la viscosité plastique et la contrainte seuil des mélanges. L'augmentation de la teneur en alcalis ( $> 6,9 \%$ ) cause la diminution, à la fois, de la viscosité plastique et la contrainte seuil ce qui tend à se répercuter négativement sur la rhéologie des mélanges, affectant par le fait même la stabilité du RBA. En deçà de cette valeur (6,9 %), la viscosité plastique et la contrainte seuil des liants GU et  $\text{TerC}^3$  tendent à augmenter avec l'augmentation de la teneur en alcalis.

*L'alcalinité des liants doit être vérifiée et contrôlée afin d'éviter et/ou limiter son influence sur la stabilité du RBA. La valeur de 6,9 % semble présenter un seuil limite pour atteindre des teneurs maximales pouvant atteindre la valeur de 22,5 %. Néanmoins, une teneur en alcalis comprise entre 0,5 et 0,9 % semble être suffisante dans le cas du GU et  $\text{TerC}^3$  pour former un RBA adéquat.*



### 8.1.5 Évaluation du modèle numérique et des facteurs d'influence

- L'interaction dynamique des trois différentes phases : liquide/fluide (pâte de ciment), solide (granulat) et gaz (bulles d'air) à l'aide des modèles VOF et GOM a été simulée avec succès par la méthode MNF (CFD).
- Les résultats des simulations numériques ont montré que les modes de cisaillement, tant statique que dynamique, peuvent influencer les performances d'écoulement des suspensions et aussi la stabilité du RBA. En mode statique, des amplitudes plus élevées du taux de cisaillement et de la pression ont été obtenues au voisinage des cylindres intérieur et extérieur en raison de l'effet de paroi. Cependant, en mode dynamique, il a été constaté que les caractéristiques de performance de l'écoulement et la stabilité du RBA étaient influencées de manière significative par la distance qui les sépare de la source de cisaillement (c.-à-d. cylindre extérieur en rotation).
- La présence simultanée de fluide en suspension, de particules solides et de bulles d'air a entraîné une augmentation de la vitesse d'écoulement, du taux de cisaillement et les amplitudes de pression dans les modes statique et dynamique.
- L'augmentation de la viscosité plastique du fluide en suspension tend à réduire le taux de cisaillement et à augmenter les amplitudes de pression dans les modes statique et dynamique. Cependant, les valeurs de vitesse d'écoulement et le taux de cisaillement en mode dynamique semblent être dominés par le régime de cisaillement.
- L'augmentation de la tension superficielle du fluide en suspension tend à augmenter le taux de cisaillement et les amplitudes de pression en mode statique. Cependant, les performances d'écoulement des suspensions proportionnées aux fluides de suspension ayant des valeurs de tension superficielle différentes et soumises au mode dynamique se sont révélées être dominées par le mode dynamique plutôt que par les variations de la tension superficielle.
- Les caractéristiques de déplacement et de déformation des bulles d'air sont davantage dominées par le mode de cisaillement et la distance par rapport à la source de cisaillement que par la viscosité plastique et la tension superficielle du fluide en suspension.

- Les simulations numériques ont montré que le diamètre et la position verticale initiale des bulles d'air peuvent affecter de manière significative les caractéristiques de stabilité du RBA dans les modes statique et dynamique.

*En raison de la nature opaque des suspensions à base de ciment, les outils théoriques par l'entremise des simulations numériques permettent d'évaluer des effets couplés de différentes propriétés rhéologiques du fluide, la présence de granulats, différentes conditions de cisaillement et des bulles d'air ayant différentes tailles.*

## 8.2 Perspectives

À travers cette thèse nous suggérons ci-dessous quelques avenues de recherche intéressantes qui pourraient apporter certains éléments de réponse supplémentaires, ce qui contribuerait à enrichir d'avantage le sujet entourant le comportement des bulles d'air.

- Nous avons mis en évidence l'apport qu'une viscosité élevée pourrait avoir sur la stabilité du RBA. Néanmoins, il serait intéressant d'expérimenter cet aspect sur des éléments congestionnés dans le but de trouver un optimum entre la fluidité pour qu'un béton puisse contourner les possibles obstacles rencontrés (i.e. ferrailage) lors du bétonnage et la stabilité de son RBA.
- Lors de la préparation des mélanges de béton, nous avons constaté une influence relative que la correction de l'humidité du sable peut avoir sur la stabilité du RBA. L'augmentation ou la diminution de la teneur en sable tend à influencer la teneur en air. Une étude plus approfondie de cet aspect, souvent négligé, sur la stabilité du RBA est approprié, sachant que le sable a une interaction évidente (barrière physique) avec le réseau d'air. Ainsi, son augmentation ou sa diminution bien qu'elle soit minime, peut influencer le RBA.
- Lors de la phase expérimentale, nous avons apprécié l'effet de la compacité (lâche, moyenne et dense) sur les mélanges de petites hauteurs. Il serait donc convenable d'évaluer ce paramètre sur des éléments de grande hauteur. Nous soupçonnons l'effet néfaste de la pression volumique engendrée par le poids du béton, ce qui pourrait donner

des résultats différents à ceux obtenus sur des échantillons de petites hauteurs (cylindres 100 x 200).

- Nous avons évoqué dans ce manuscrit l'existence d'une potentielle différence entre la densité et la morphologie du gel formant la coquille des bulles d'air et le gel C-S-H habituellement obtenu. Il serait donc opportun de mener une étude dans ce sens afin d'éclaircir cette observation et également les raisons qui permettent une telle formation. Dans ce sens, il serait convenable de se pencher sur l'aspect microstructural entourant les bulles d'air. De plus, l'analyse des hydrates en fonction du dosage en alcalis pourrait être particulièrement intéressant.
- Analyser l'influence que la cinétique de la solubilité (rapide vs. lente) des alcalis peut avoir sur les caractéristiques du RBA.
- Dans cette étude, nous n'avons pas eu l'occasion d'expérimenter l'effet de la pression sur les bulles d'air. L'expérimentation du comportement des bulles d'air sur un circuit de pompage ou les essais réalisés à son entrée et à sa sortie, durant différentes périodes de temps et selon différentes configurations, pourrait permettre d'évaluer l'impact de l'opération de pompage sur l'ensemble des caractéristiques du RBA.
- L'utilisation lors des simulations numériques d'un maillage plus serré avec l'emploi d'un simulateur (outil informatique) plus puissant, permettra sans doute de rapprocher la solution théorique-mathématique de la réalité. En outre, cela pourrait raffiner les résultats numériques que nous avons obtenus.
- Il serait également intéressant, de modéliser un modèle incorporant un squelette granulaire fidèle à une distribution granulométrique réelle, ayant différents  $\phi_{\max}$  (5, 10, 14 et 20 mm) pour évaluer plus profondément l'interaction existante entre les bulles d'air et les granulats, ainsi que leur influence sur la rhéologie, la flottabilité et l'écoulement de façon générale.
- Il serait opportun de soumettre les formulations étudiées aux essais des cycles de gel-dégel (ASTM C666) et à l'écaillage (ASTM C672), afin de valider les constatations faites et surtout les résultats obtenus concernant le facteur d'espacement et la fraction d'air efficace.

# ANNEXE A : Effet de la teneur en alcalis sur la stabilité du réseau de bulles d'air dans les mélanges de mortier fluide

Il convient de noter que cet article sera finalisé et soumis pour publication.

## Effect of alkalis content of binders on the stability of the air-void system in the flowable mortar mixtures

Toufik Fantous<sup>1,\*</sup> Masoud Housseinpoor<sup>1</sup>, and Ammar Yahia<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Department of Civil and Building Engineering, Université de Sherbrooke, Québec, Canada

\*Corresponding author: toufik.fantous@usherbrooke.ca

### Abstract

The characteristic of air-void system (AVS) of several flowable mortar mixtures, including air content, spacing factor, and effective air fraction were investigated using ASTM C 185, EN-431, and AVA-3000 test methods. The investigated mixtures were proportioned using different binder types, including a general use cement (GU), a ternary binder GUb-F/SF (TerC<sup>3</sup>), a calcium carbonate (CaCO<sub>3</sub>), and a glass powder (GP). The mixtures were made with water-to-binder ratio of 0.385 and various HRWR dosage to secure mini-slump flow of  $270 \pm 10$  mm. The rheological properties of the investigated mortars were also evaluated. The experimental results revealed that the alkalis content of 6.9% (TerC<sup>3</sup>-GP, 50-50%) was found as the critical limit at which the air content and effective air fraction increased with the alkalis concentration of alkalis. However, beyond this content, increasing the alkalis content led to decrease the air content and effective air fraction and increase the spacing factor. Moreover, larger air bubbles were observed in the case of mixtures containing alkali-rich binders. From a rheological point of view, increasing the alkalis content was shown to decrease the yield stress and plastic viscosity values of the mortars, mainly due to the smooth surface of the GP grains compared to those of cementitious binder, the decrease in the CaO content and the dilution of the binder grains by the GP particles. On the other hand, increasing the plastic viscosity and yield stress

---

increased the stability of AVS by decreasing the movement of bubbles and the risk of their coalescence.

## **Keywords**

Air-void system; Alkalies; Binder; Rheology; Spacing factor; Effective air fraction.

## **1. Introduction**

The hydration process of Portland cement is a complex phenomenon due to its chemical composition and the various influencing mixture parameters. Although the effect of the mineral phases has been widely studied, the effect of alkalis on the characteristics of air-void system (AVS) in concrete is still not well understood. The chemical composition of cement can play an important role on the stability of AVS. It has been reported that the soluble alkalis tend to destabilize the air bubbles by influencing their sizes and spacing factor ( $\bar{L}$ ) [1-8]. On the other hand, the use of rich-alkalis cements can facilitate the air entrainment compared to those of low alkalis content. Therefore, the required air-entraining agent (AEA) demand to secure given air content and characteristics is strongly depend on the type of cement, including its reactivity and alkalis content [9]. The presence of alkalis, mostly based on Na and K sulfates, dissolve almost immediately in the presence of mixing water and contributes to the activation and acceleration of the hydration kinetics leading to the formation and imprisonment of a greater number of air bubbles [1, 10-12]. This random imprisonment, mainly governed by the chemical reactions of alkaline sulfates, may result in the captivity of large air bubbles, which tends to increase abruptly the content in air [7, 11, 14]. Indeed, they contribute to the formation of ionic bridges between the cement grains and the protective membrane surrounding the air bubbles [5, 11]. On the other hand, it was reported that the concentration of sodium and potassium in the protective membranes of air bubbles does not significantly affect the microstructure of cement paste surrounding the air bubbles [5].

Several studies stated that the interaction of soluble alkalis with AEAs in the presence of high-range water-reducer can increase the stability of AVS [14-18]. Depending on the chemical composition of the AEAs, the charges at perimeter of air bubbles can be either anionic, cationic, or neutral [12]. The non-ionic AEA molecules, which are considered chemically inert, are not combined with the other ions, hence resulting in increasing their solubility [12]. This can affect

---

the spacing factor, where the anionic, non-ionic, and cationic AEAs produce mostly small, large, and variable-size air bubbles, respectively [12]. Regarding the buoyancy of air-bubbles, this one depends on the rheology of the matrix. Indeed, when the viscosity decreases the micro-bubbles tend to merge to form even larger bubbles, and the macro-bubbles tend to rise due particularly to their large volume, which tends to destabilize the RBA [Fantous et al., 2019]. The composition of the aqueous solution is controlled by all the participating phases present in the aqueous solution including the alkalis, the binder (mineral particles) and electrolytes (water), where the predominant electrostatic phenomena can change the rheological behavior of suspending phase, which tends to affect that of air bubbles.

The stability of air bubbles network depends on the chemical composition of the aqueous solution, which is mainly influenced by the nature of matter phases presents in the AEA, HRWR, and binder [9, 19]. In addition, the chemical interaction of AEA with all constituents could affect its effectiveness or eliminate its role in stabilizing air bubbles [12]. Indeed, some AEAs, especially those based on alkaline salts of wood rosins and resins, can produce insoluble precipitates of a colloidal nature. However, when they are associated with saturated lime water, these precipitates coagulate and eventually form large curds. Therefore, when the insoluble calcium salt of the AEA ceases to be colloidal in nature and begins to coagulate and form a curd, the AEA loses its role and the ability of the mixture to entrain air is considerably compromised [12]. It is also worthy to mention that the changes caused by the presence of alkali make the concrete more vulnerable to frost and thaw damages. Also, the soluble alkalis can also strongly affect the adsorption capacity of HRWR, thus increase the fluidity of the mixtures [20].

The efficiency of AEA can be properly controlled by the degree of alkalinity of the medium, including cement and supplementary cementitious materials (SCM). However, the abundant presence of carbon in the SCM, such fly ash, can inhibit the AEA efficiency and tend to destabilize the air bubbles [3, 11]. The presence of carbon can even break the protective membrane surrounding the air bubbles [13], which can therefore result in reducing the total air content and modify the characteristics of AVS [7, 9]. The main objective of this study is to evaluate the effects of alkalis content and rheological properties of the matrix on the characteristics and stability of the air-void system. Various binder types with different alkalis contents are used in combination with compatible AEA-HRWR combinations are investigated.

## 2. Experimental program

Various mortar mixtures were proportioned using binder types having different alkalis contents to investigate the AVS characteristics.

### 2.1. Materials

The investigated mixtures are formulated using three different binders, including a calcium carbonate ( $\text{CaCO}_3$ ), a general use cement (GU), and a GUb-F/SF ternary cement ( $\text{TerC}^3$ ). In addition, different combinations of glass powder (GP) and  $\text{TerC}^3$ , including 0-100%, 25-75%, 50-50%, 75-25%, and 100-0%, were also considered to simulate different alkalis mediums (Table 2). The ternary cement is composed of 75% of GU, 20% fly ash (FA), and 5% silica fume (SF). The  $\text{CaCO}_3$ , GU,  $\text{TerC}^3$ , and GP have specific gravity values of 2.7, 3.15, 3.08, and 2.54, respectively. The  $\text{CaCO}_3$  powder was prepared at different grading classes, corresponding to 17-SA, 10-SA, and F-SA, that were combined to achieve similar particle-size distributions of the other binders. The particles-size distributions and chemical composition of the investigated binders are presented in Fig. A.1 and Table A.1, respectively.

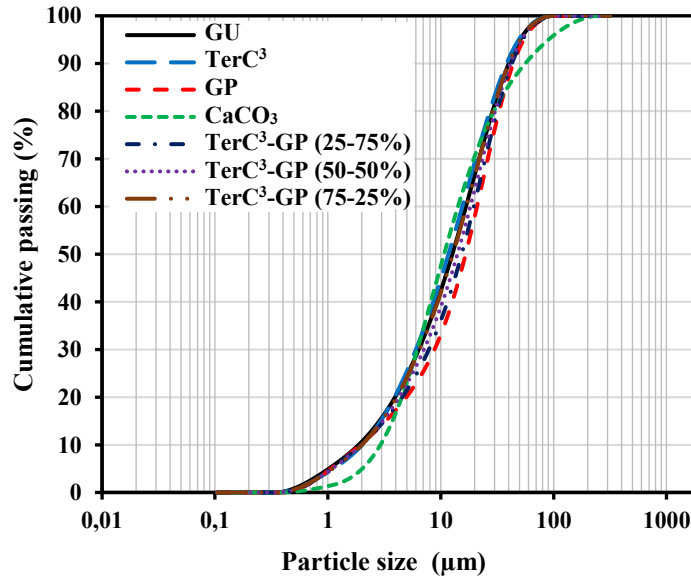


Figure A.1. Particle-size distributions of the investigated binders

Table A.1. Chemical and physical characteristics of the investigated binders

Binder	Chemical composition (%)							Average diameter d <sub>50</sub> (μm)	Specific Surface (m <sup>2</sup> /kg)
	CaO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub>	MgO	*Na <sub>2</sub> O <sub>eq</sub> (alkalis)		
CaCO <sub>3</sub>	55.7	-	-	-	-	0.2	0.00	12.26	1409
GU	62.0	20.4	4.4	2.5	3.8	2.1	0.60	12.67	444
TerC <sup>3</sup>	44.3	33.4	9.0	4.5	3.0	1.0	0.85	13.30	531
TerC <sup>3</sup> -GP (75-25%)	35.8	42.9	7.3	3.5	2.3	1.0	3.89	14.13	485
TerC <sup>3</sup> -GP (50-50%)	27.4	52.3	5.6	2.5	1.6	1.1	6.93	14.96	438
TerC <sup>3</sup> -GP (25-75%)	18.9	61.8	3.8	1.4	0.8	1.1	9.96	15.79	392
GP	10.4	71.2	2.1	0.4	0.1	1.1	13.0	16.62	345

\*Na<sub>2</sub>O<sub>eq</sub> = Na<sub>2</sub>O + 0.658 K<sub>2</sub>O

## 2.2. Mixture proportioning and test methods

As summarized in Table A.2, the mortar mixtures were prepared to evaluate the effect of binder type and alkalis content on AVS characteristics. A water-to-binder ratio (w/b) and sand-to-paste ratios of 0.385 and 2.16, respectively, were selected for all the investigated mixtures. To achieve a targeted mini-slump flow of  $270 \pm 10$  mm, the dosage of a polynaphtalene-based (PNS) high-range water-reducer (HRWR) was optimized as 1506.6 mL/100 kg of binder. On the other hand, in order to better appreciate the influence of the alkalis, an effective air-entraining synthetic agent (AEA) is used at a given dosage of 49.7 mL/100 kg of binder. Moreover, a viscosity modifying agent (VMA) is incorporated in CaCO<sub>3</sub>-based mortar mixture (M8) to highlight the influence of VMA on stability of AVS. All the mixtures were proportioned using a well-graded natural sand with specific gravity of 2.65 and finesse modulus of 2.38.

The mortar mixtures were mixed according to the ASTM C305 standard [21]. Immediately after mixing, the mini-slump flow (mini-cone test) and rheological measurements were performed. The rheological measurements of fine mortars were conducted using the ConTec Viscometer 6 rheometer equipped with concentric-cylinders geometry having a gap size of 10 mm (inner and outer cylinder radius of 50 and 60 mm, respectively). The rheological properties were determined by first applying a pre-shearing of 0.5 rotational shear (rps) for 20 s followed by step wise decrease of shear from 0.5 to 0.025 rps during 55 s. On the other hand, the characteristics of AVS, including the air content, spacing factor, specific surface ( $\alpha$ ), and effective air fraction ( $A_{300}$ ), were determined according to the EN-413, ASTM C185, and AVA-3000 test methods (Fig. A.2), respectively [22]. The EN-413 (volume of 1 liter) is European standard which operates in the same way as ASTM C231, used especially in the case of mortars mixtures, while the ASTM C185 is considered to be a Standard Test Method for Air Content of



Hydraulic Cement Mortar, and the AVA method which allows determination of the volumetric and fractional distribution of air bubbles. However, the air content measured with this one is generally can reach up to 2% lower than those given by the other test methods. This is mainly attributed to the program integrated into the AVA equipment which only counts air bubbles less than 2 mm [22, 23].

Table A.2. Mixture proportioning of the investigated mortars mixtures (w/b = 0.385)

	Binders						Na <sub>2</sub> O <sub>eq</sub>	Sand (gr)	Admixtures (ml/100 kg of binder)		
	CaCO <sub>3</sub> (gr)			GU (gr)	TerC <sup>3</sup> (gr)	GP (gr)			PNS (ml)	AEA (ml)	VMA (ml)
	F-SA	10-SA	17-SA								
M 1	247.7	139.0	821.7	-	-	-	0.00	2 613	1 506.6	49.7	-
M 2	-	-	-	1208.4	-	-	0.53				
M 3	-	-	-	-	1208.4	-	0.85				
M 4	-	-	-	-	906.3	302.1	3.89				
M 5	-	-	-	-	604.2	604.2	6.93				
M 6	-	-	-	-	302.1	906.3	9.96	2 613	3 013.2	49.7	16.6
M 7	-	-	-	-	-	1208.4	13.0				
M 8	247.7	139.0	821.7	-	-	-	0.00				

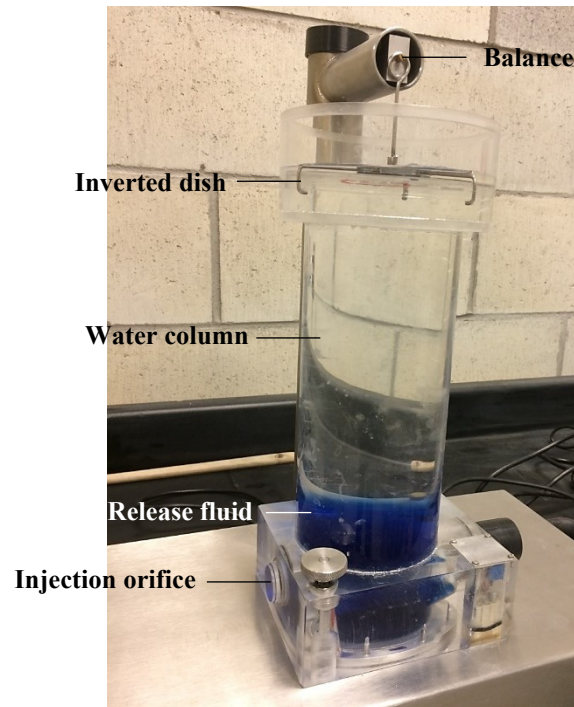


Figure A.2. AVA device to assess the AVS characteristics of the investigated mixtures

---

### 3. Results and discussion

#### 3.1. Influence of alkalis content on stability of air-void system

The mini-slump flow, specific gravity, air contents measured at 0, 5, and 10 min after mixing using the ASTM C185 and EN-413, AVS characteristics determined using the AVA-3000, and the rheological properties of the investigated mortar mixtures are summarized in Table A.3 and Fig. A.3. As can be observed, the AVS characteristics, including air content, spacing factor, specific surface, and effective air fraction, of the investigated mixtures showed significant differences. For example, the initial air contents measured immediately after mixing (0 min) using the EN-413 method test method varied in a wide range between 2.9 and 22.5%. The air contents of the mixtures proportioned without GP do not exceed 10%, while those values for mixtures made with TerC<sup>3</sup> and GP reached up to 22.5% (EN-413 test method). This can be explained by the relatively higher alkalis contained in GP. On the other hand, comparable air contents of 8.8% and 9.3% were observed in the case of GU and TerC<sup>3</sup> mixtures (M2 and M3), respectively. This can be due to their similar alkalis content of 0.53 and 0.85 and comparable plastic viscosities of 6.64 and 7.36 Pa.s.

The mixture formulated with the inert binder CaCO<sub>3</sub> (M1) having the lowest alkalis content exhibited also the lowest air content of 2.9%. However, the incorporation of VMA (M8) resulted in higher air content of 4.1% (EN-413). This can be mainly due to the higher viscosity of the mixture M8 compared to that of M1, 5.3 Pa.s compared to 0.48 Pa.s. Increasing the plastic viscosity can significantly reduce the movement of the air bubble and, consequently, their coalescence and rising motions (our accepted paper as reference), hence resulting in higher air content.

In the case of GP mixtures (i.e., M4 to M7), the plastic viscosity tends to decrease with the increase in the alkali content, where for the replacement rates of 25% (M4), 50% (M5), 75% (M6), 100% (M7), the plastic viscosity recorded is equal to 4.98, 4.51, 4.01 and 0.81 Pa.s, respectively, where if it is compared to that of M3 mixture (7.36 Pa.s), this would represent a relative decrease of 32, 39, 46 and 89% respectively.

Table A.3. Air contents, characteristics of the air-void systems, and the rheological properties of the investigated mortar mixtures.

Mortar mix.	Binders	MSF(mm)	Density (gr/cm <sup>3</sup> )	Air content (%)						AVA-3000					Rheological properties		
				ASTM C185			EN-413			A <sub>2000</sub> (%)	A <sub>1000</sub> (%)	A <sub>300</sub> (%)	L̄ (mm)	α (mm <sup>-1</sup> )	EAF, $\frac{A_{300}}{A_{2000}}$ (%)	μ <sub>p</sub> (Pa.s)	τ <sub>0</sub> (Pa)
				0 min	5 min	10 min	0 min	5 min	10 min								
M 1	CaCO <sub>3</sub>	280	2.215	2.7	1.1	0.3	2.9	0.9	0.5	2.1	1.5	0.2	1.426	3.5	9.5	0.48	8.4
M 2	GU	270	2.166	8.8	7.4	6.8	8.5	7.0	6.3	7.7	7.4	6.8	0.184	25.4	88.3	6.64	33.9
M 3	TerC <sup>3</sup>	265	2.115	9.3	8.0	7.6	10.0	8.3	7.9	8.5	8.5	8.2	0.111	38.0	96.5	7.36	37.8
M 4	TerC <sup>3</sup> (75%) - GP (25%)	280	1.893	17.8	16.0	15.3	18.0	15.7	14.5	12.2	9.5	2.8	0.465	12.3	23.0	4.98	27.7
M 5	TerC <sup>3</sup> (50%) - GP (50%)	275	1.765	21.0	20.1	20.0	22.5	20.0	18.9	17.4	14.7	5.7	0.309	16.6	32.8	4.51	24.0
M 6	TerC <sup>3</sup> (25%) - GP (75%)	275	1.844	19.0	15.5	13.1	19.8	16.2	14.0	12.0	8.2	2.5	0.501	10.9	20.8	4.01	20.2
M 7	GP	275	2.050	5.2	3.0	2.1	5.0	2.9	1.8	2.8	2.5	0.4	1.167	5.7	14.3	0.81	15.9
M 8	CaCO <sub>3</sub> -VMA	265	2.207	4.5	4.2	3.6	4.3	3.8	3.3	4.0	3.6	2.8	0.353	14.3	70.0	5.26	23.8

EAF: effective air fraction; MSF: mini-slump flow

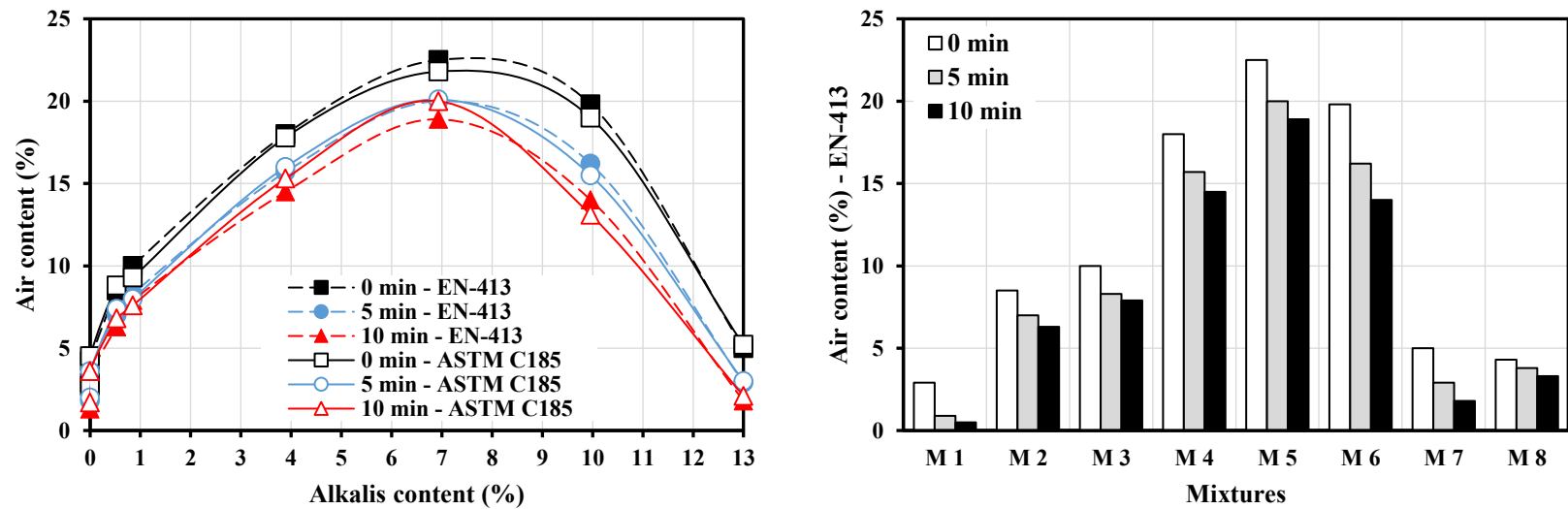


Figure A.3. Air contents of the investigated mortars, measured by EN-413 and ASTM C185 methods at different times after mixing, versus their corresponding alkalies content.

In addition to the air content, these variations can also positively or negatively affect on other characteristics of AVS, such as spacing factor, specific surface area, and the effective air fraction. The fractional distribution of air content for different ranges of air bubble sizes, as well as spacing factor and specific surface area of the air bubbles for the investigated mortar mixture are presented in Figs. A.4 and A.5, respectively.

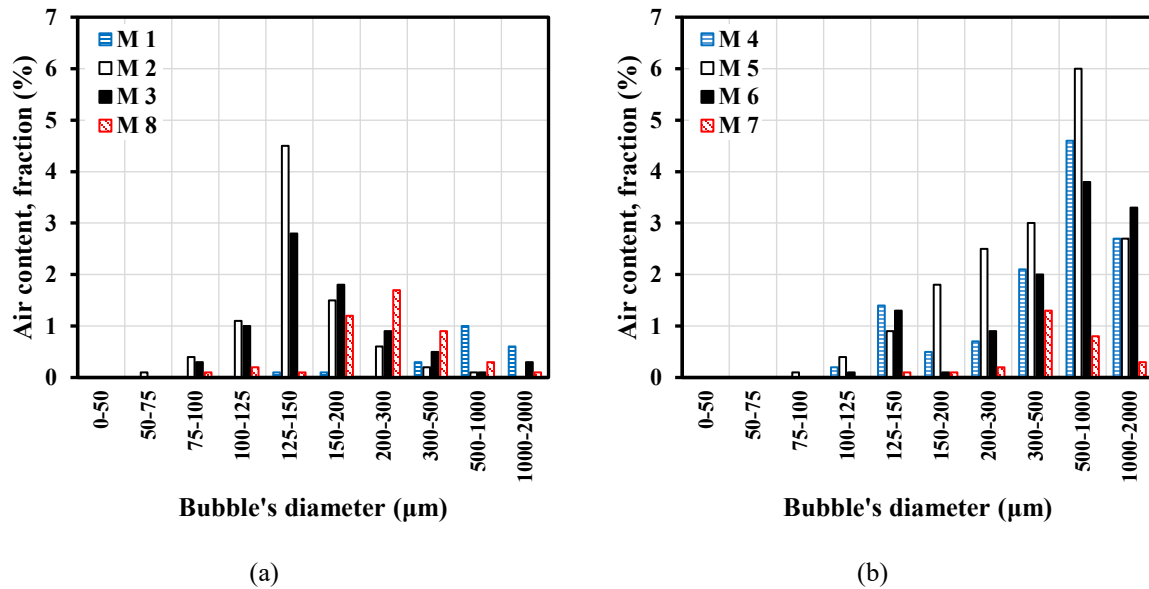


Figure A.4. Fractional distribution of air content of the investigated mixtures (a) without and (b) with glass powder, using AVA-3000 method

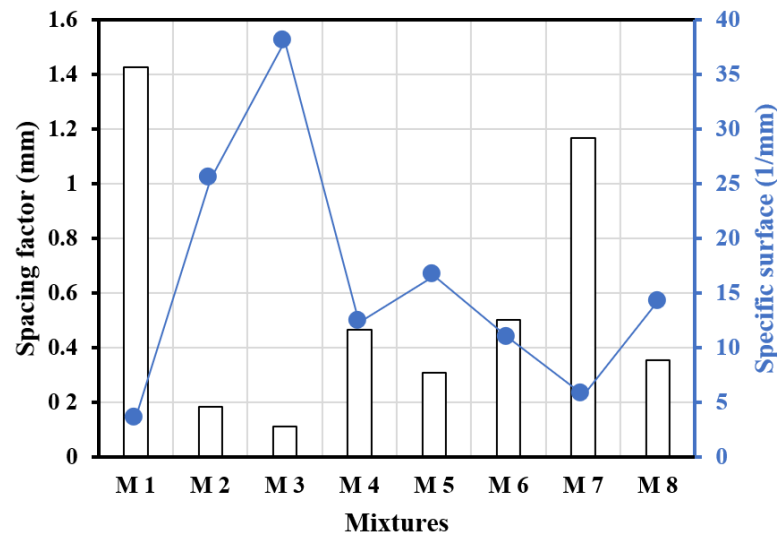


Figure A.5. Spacing factor and specific surface values for the investigated mixtures containing different binder systems

---

As can be observed, the M2 and M3 mixtures proportioned with GU and TerC<sup>3</sup>, respectively, exhibited spacing factors values of 0.111 and 0.184 mm despite their similar total air contents and plastic viscosity values. It is worthy to mention that these values are lower than the ASTM C457 recommended value of 200  $\mu\text{m}$ . Furthermore, GP mixtures produced with GP, increasing of the percentage of alkalis from 3.9% (M4) to 6.93% (M5) and from 6.93% to 13% (M7) resulted in a decrease and, subsequently, an increase in the spacing factor values respectively. Moreover, the AVS characteristics of CaCO<sub>3</sub>-contained mixtures of M1 and M8 mixtures are compared together. This showed that increasing the plastic viscosity due to incorporation of VMA resulted in a decrease in spacing factor values from 1.426 for M1 mixture to 0.353 mm for M8 one. It is worthy to mention that the specific surface area is inversely proportional to the spacing factor.

Furthermore, the values of the effective air fraction are presented in in Table A.3 and Fig. A.6. As can be observed, for M2 and M3 mixtures containing only GU and TerC<sup>3</sup>, with similar alkalis content and plastic viscosity values, the percentage of air bubbles smaller than 300  $\mu\text{m}$  was obtained as 88.3% and 96.5%, respectively. On the other hand, in the case of the mortar mixtures containing CaCO<sub>3</sub>, using adding VMA resulted in increasing the effective air fraction from 9.5% to 70.7%. for M1 and M8 mixtures, respectively.

On the other hand, in the case of the mixtures proportioned with GP, likewise the other AVS characteristics, increasing the alkalis contents from 3.9% (M4) to 6.9% (M5) and from 6.9% to 13% (M7) increased and decreased the effective air fractions from 23% to 32.8% and 32.8% to 14.3%, respectively. The spacing factor and A<sub>300</sub> results can confirm that alkali-rich binders can result in larger air bubbles.

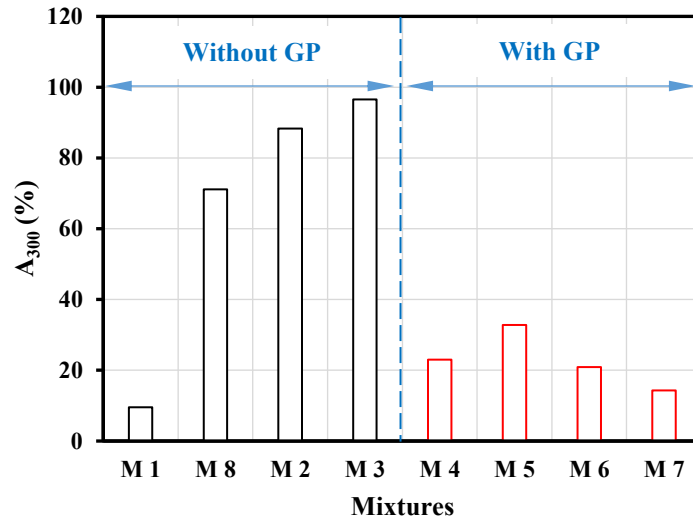


Figure A.6. Effective air fraction values for the investigated mixtures containing different binder systems

As can be observed in Fig. A.7, comparable values of air content were obtained using ASTM C185 and EN-413 methods. However, the discrepancies observed between the results obtained using these methods and AVA-3000 varied between almost 0.2% and 7.8%. The maximum difference was observed in the case of the mortars proportioned with GP, containing relatively larger air bubbles. This can be explained by the built-in algorithm of the AVA test apparatus which automatically eliminates the air bubbles larger than 2 mm. This can result in consideration of lower content of air [22, 23]. Moreover, the operating errors during extraction and injection of the mortar samples into the set-up can also be effective.

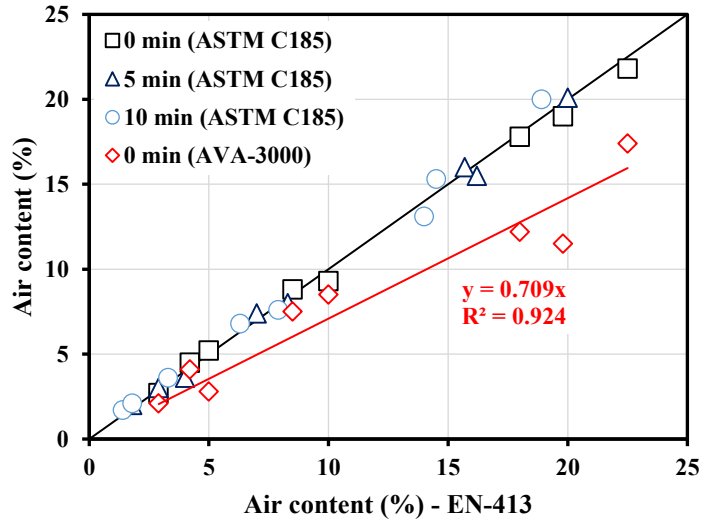


Figure 7. Comparison between the air contents obtained using EN-413, AST C185, and AVA-3000 methods

### 3.2. Influence of the alkalis content on the rheological properties

As can be observed in Table 3 and Figs. 9 and 10, increasing the replacement rate of  $\text{TerC}^3$  by GP resulted in a decrease in the yield stress and the plastic viscosity. The decrease in the yield stress can be related to the physio-chemical interactions and morphological characteristics of the binders. The internal cohesive forces in the mixtures containing only cement as the binder are stronger than those developed in the cement-GP blended system. This is resulted by dilution of the cement particles in presence of GP which can reduce their interactions [24]. On the other hand, as morphological point of view, the smooth surface of the GP particles (low roughness of glass particles) can decrease the internal frictions between the solid particles in the mixtures containing GP under shearing [25, 26] and, therefore, reduce the yield stress and plastic viscosity values of the mixture.

It is reported that the slump flow tends to increase when the GP replacement increased [24]. In addition, the internal cohesive forces in the mixtures containing only cement as the binder are stronger than those developed in the cement-GP blended system. This is resulted by dilution of the cement particles in presence of GP which can reduce their interactions [25]. Indeed, the improvement observed in workability is due to the replacement of the cement particles by GP particles, which have a smoother surface and softer edges compared to the cement grains which have rough surfaces and angular edges (Fig. A.8). Another explanation for the increase in

---

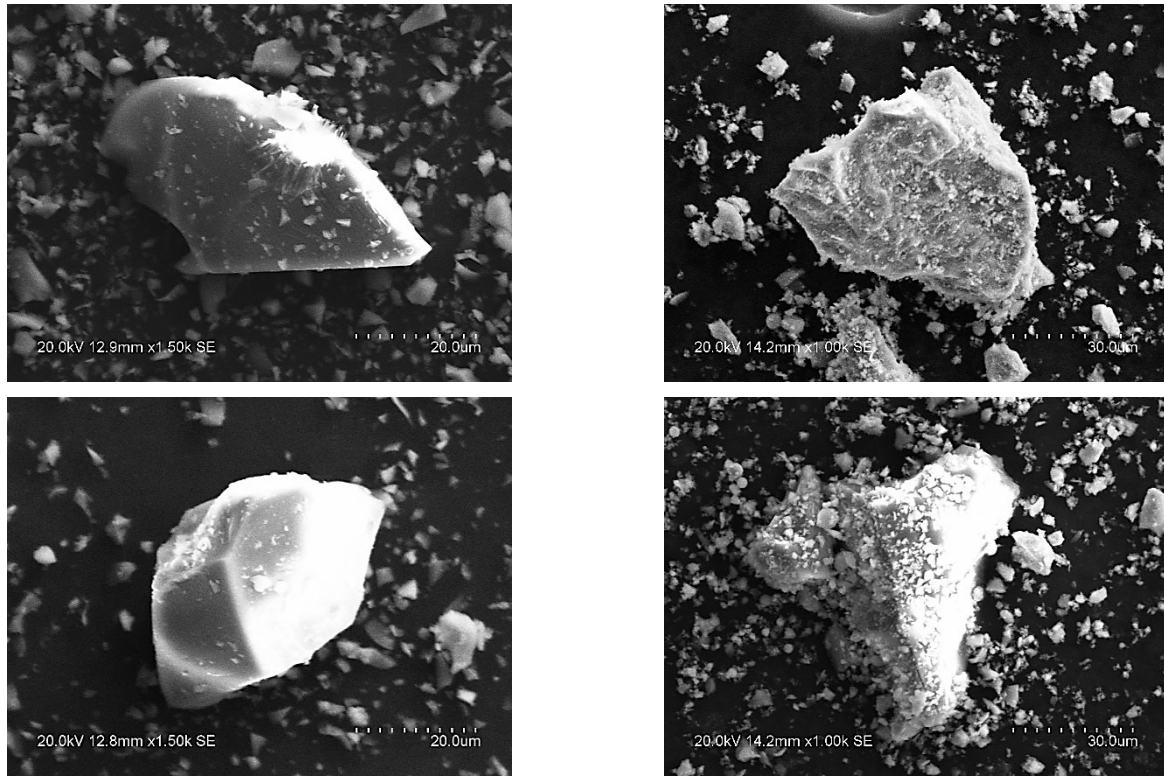
workability with the increase in GP content is the dilution of the cement blocks, thus reducing the formation of cement hydration products mainly in the first few minutes. As a result, there are fewer products to connect various particles together.

Furthermore, in the interstitial solution, the complexation of  $\text{Ca}^{2+}$  ions by SP can affect the polymer absorbed on the surfaces of the anhydrous grains, which could influence their dissolution and/or transformation to hydrates. This tends to delay the early hydration of the cement and limits the generation of  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . The pozzolanic reaction is thus delayed due to the presence of an insufficient amount of portlandite [24].

On the other hand, in the case of morphological properties, the smooth surface of the GP particles (low roughness of glass particles) can decrease the internal frictions between the solid particles in the mixtures containing GP under shearing [26, 27] and, therefore, reduce the yield stress and plastic viscosity values of the mixture. In a cement mixture, especially during the first minutes of hydration, the rheological behavior depends mainly on the morphological properties. Uchaikawa et al. (1973 and 1982) confirm that the yield value tends to depend on the specific surface area of blended cement and the plastic viscosity depend on the shape of the blending component. Several researchers [28, 29] have discussed the relationship between the fluidity and/or the fresh rheological behavior of cement mixtures and the different properties morphologic that characterize them (specific surface area, particles shape, specific gravity, packing density and adhesiveness at the nucleation sites of particles) [30].

Indeed, this is what we have noted, especially in the case of mixtures with GP, where the yield stress and the plastic viscosity exhibit an evolutionary trend proportional to the specific surface and the specific gravity of the particles. For example, when the substitution rate of  $\text{TerC}^3$  by GP increases from 25 to 100%, the specific surface area and specific gravity decrease by respectively 28% (0.485 to 0.345  $\text{m}^2/\text{g}$ ) and 14% (2.95 to 2.54). If we only evaluate the morphological effect, this would cause the decrease of the threshold stress and the plastic viscosity of respectively 84% (4.98 to 0.81 Pa) and 43% (27.7 to 15.9 Pa.s) (Fig. A.9). Thus, the morphological effect of the particles could influence the rheological behavior of the mixtures.





*a) GP grains having smooth surface and softer edges      b) TerC<sup>3</sup> grains having rough surface and angular edges*

Figure A.8. Morphological comparison (texture, surface and angularity) of grains at amorphous state using SEM

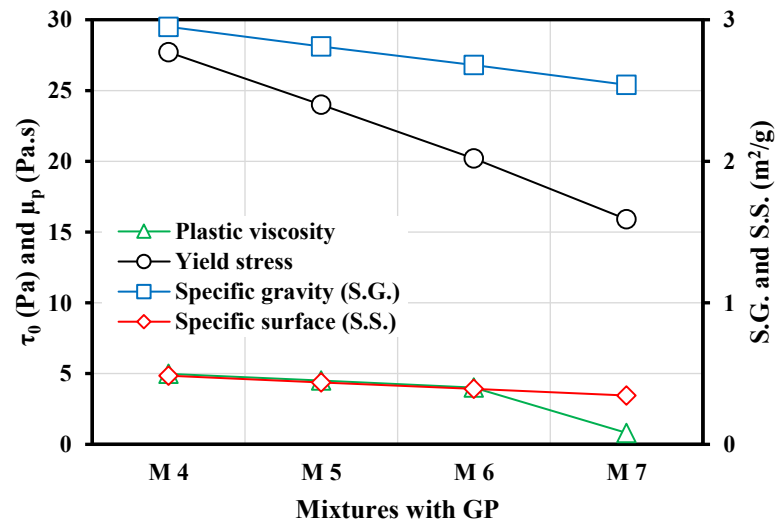


Figure 9. Influence of morphological proprieties in the rheological behavior

Otherwise, the interaction between the reactive silica and the portlandite, although it is slowed down in the first minutes of hydration, allows the GP to fix the lime. However, the pozzolanic

reaction of the GP is slower than the hydration of Portland cement [31]. In addition, this reaction tends to be influenced by the CaO content which becomes  $\text{Ca(OH)}_2$  after hydration. Therefore, when the CaO content is low, the amount of formed hydrates, at this stage diluted, and restructuration becomes low as well. Generally, with a constant binder content, increasing the content of the GP tends to accelerate the kinetics of hydration at later age. However, the increase in the GP content is in this case followed by a reduction in that of the binder. In other words, the decrease in CaO content tends to decrease with the increase in the substitution rate (Fig. A.10). Indeed, the CaO contents in the  $\text{TerC}^3$ -GP mixtures (75-25%, 50-50%, 25-75% and 0-100%) are equal to 35.8, 27.4, 18.9 and 10.4% (Table 1), respectively. It should be noted that in the case of the 100% GP mixture, it does not react and remains in the amorphous state, which causes a significant decrease in its yield stress and its plastic viscosity. This explains why the yield stress and the plastic viscosity tend to decrease with the increase of the substitution rate.

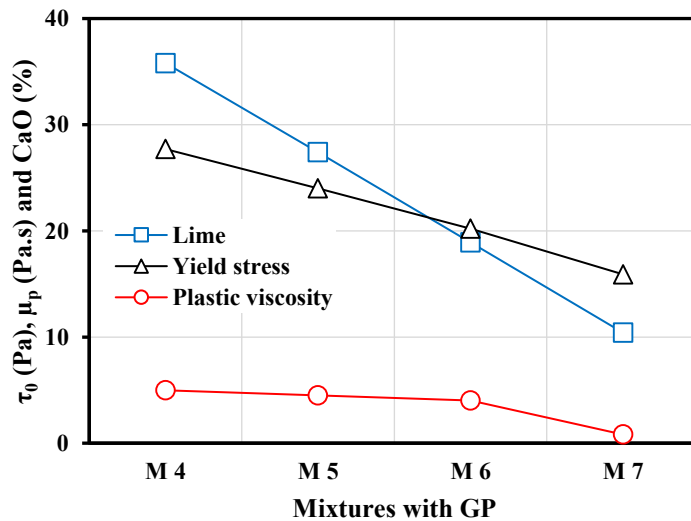


Figure A.10. Influence of the CaO content on the yield stress and plastic viscosity for mixtures with GP

As summarized in Fig. A.11 and A.12, it should be noted that the yield stress and the plastic viscosity parallelly evolve with the air content, spacing factor, specific surface, and effective air fraction. In the mixtures proportioned with no or low alkalis binders such as  $\text{CaCO}_3$  (M1 and M8), GU (M2) and  $\text{TerC}^3$  (M3), the stability of AVS is greatly affected by the rheological parameters of the mixtures. Indeed, in the mixtures having low plastic viscosity and yield stress values, the air bubble can easily move. This can lead to increase the risk of rising and

coalescence of the air bubbles (e.g. M1-CaCO<sub>3</sub> mixture). While, regardless of the alkalis content, higher values of plastic viscosity and yield stress enhance the stability of the AVS. This is due to limiting the movement and rising of the air bubbles, as well as preventing their fusion (e.g. M8-CaCO<sub>3</sub>-VMA mixture). Moreover, it is observed in the mixtures containing GP that even at low plastic viscosity of 0.81 Pa.s the M7 mixture exhibit an air content of 5%. This can particularly be due to the presence of alkalis which leads to boost the air content similarly as found in the mixtures M4 to M6. On the other hand, the evolution of the air content with time depends on the persistence of air bubbles. The air contents of the mixtures containing little or no alkalis were found to vary after 5 and 10 min, as follow: 1.9 and 2.4% (M1), 1.5 and 2.2% (M2), 1.6 and 2.1% (M3), and 0.6 and 0.9 % (M8), respectively. However, higher variation of air contents after 5 and 10 minutes were obtained for the mixtures formulated with GP, as follow: 2.3 and 3.5% (M4), 2.5 and 3.6% (M5), 3.6 and 5.8% (M6), and 2.1 and 3.2% (M7), respectively.

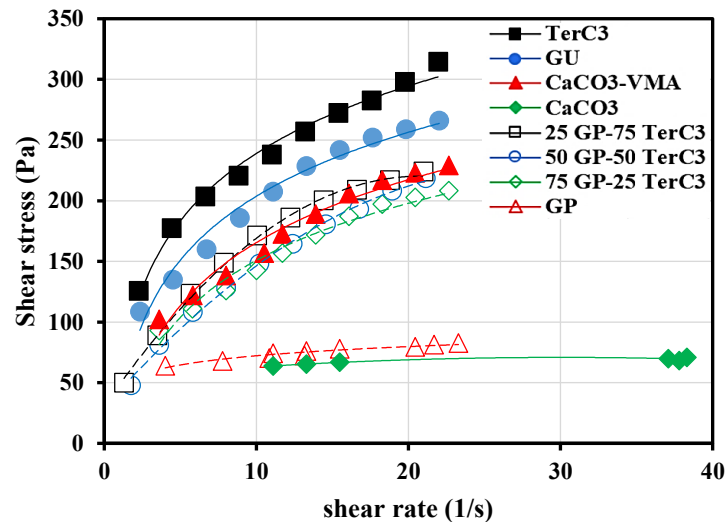


Figure A.11. Rheograms of the investigated mortar mixtures

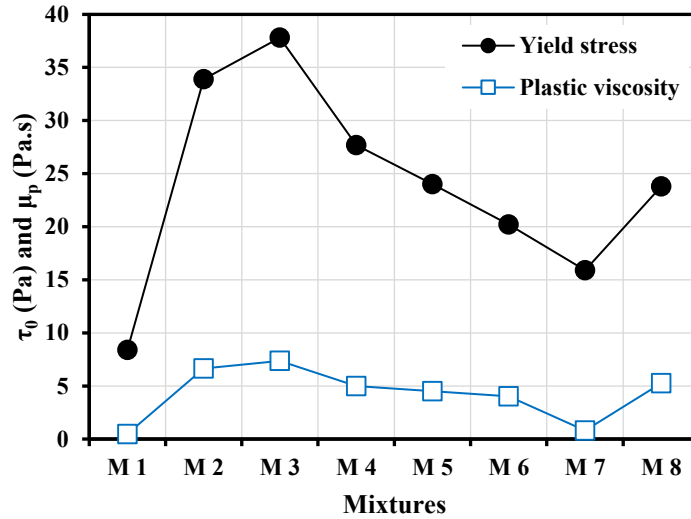


Figure A.12. Yield stress and plastic viscosity values of the investigated mortar mixtures versus their corresponding binder system

#### 4. Conclusions

In this study, the characteristics of air-void system of different flowable mortar mixtures containing different percentage of alkalis were investigated. The coupled effect of alkalis and rheological properties on air content, spacing factor, effective air fraction, and stability of air-void system were experimentally evaluated. Based on the results presented in this paper, the following concluding remarks can be pointed out:

- For the mixtures formulated with 50% glass powder and 50% TerC<sup>3</sup> as the binder system, exhibited the highest air content (22.5%), with an alkali content of 6.9%.
- The alkalis content of 6.9% seems to be a critical limit which the air content increases with increasing the concentration of alkalis up to this limit. However, above this value, increasing the alkalis content led to decrease the air content and increasing the spacing factor.
- The spacing factor decreases and increases with increasing the alkalis content up to 6.9% and above this value, respectively. inversely to the air content (e.g. While an additional increase of the alkalis content from 6.9 to 13% causes the increase of the air content from 22.5 to 5%).

- Despite the low alkali content of the GU and TerC<sup>3</sup> mixtures, they could produce an adequate network of air bubbles.
- The increase in the plastic viscosity contributes to the preservation and persistence of the air bubbles network. Accordingly, incorporating VMA resulted in increasing the air content and decreasing the spacing factor.
- The results of effective air fraction values showed that alkali-rich binders can produce relatively larger air bubbles.

## 5. Acknowledgment

The authors wish to thank the financial support of the National Science and Engineering Research Council of Canada (NSERC) and the 8 industrial partners participating in the NSERC Chair on Development of Flowable Concrete with Adapted Rheology and their Application in Concrete Infrastructures, held by Professor Ammar Yahia at the Université de Sherbrooke.

## 6. References

- [1] R.C., Mielenz, V.E., Wolkodoff, J.E., Backstrom, H.L., Flack, (1958). Origin, evolution, and effects of the air void system in concrete. Part 1: Entrained air in unhardened concrete, *Journal of the American Concrete Institute*, 55, 95-121.
- [2] F., Farkas, (1964). The Role of Alkali in Air Entrainment, Rock Products Chemical Research Seminar, Chicago, Illinois.
- [3] S., Gebler, P., Klieger, (1983). Effect of Fly Ash on the Air-Void Stability of Concrete, *Proceedings of the CANMET/ACI First International Conference on the Use of Fly Ash, Silica Fume, Slag, and Other Mineral By-Products in Concrete*, (ed V.M. Malhotra), ACI Special Publication SP-79, American Concrete Institute, Detroit, MI, 103-120.
- [4] M.F., Pistilli, (1983). Air-Void Parameters Developed by Air-Entraining Admixtures, as Influenced by Soluble Alkalis from Fly Ash and Portland Cement, *Journal of the American Concrete Institute, Proceedings*, 80 (3), 217-222.
- [5] M., Pigeon, P., Plante, (1990). Study of cement paste microstructure around air voids: influence and distribution of soluble alkalis. *Cement and Concrete Research*, 20, 803-814.
- [6] D., Whiting, D., Stark, (1983). Control of air content in concrete, National cooperative highway research program report 258, Construction Technology Laboratories A Division of the Portland Cement Association, Skokie, Illinois.
- [7] M., Pigeon, P., Plante, R., Pleau, N., Banthia, (1992). Influence of Soluble Alkalis on the Production and Stability of the Air-Void System in Superplasticized and Non-superplasticized Concrete, *ACI Materials Journal*, 89 (1), 24-31.

- 
- [8] D.A., Whiting, A.N., Nagi, (1998). Manual on control of Air content in concrete, 42.
- [9] L.D., William, 1996. Chapter 8 - Air-Entraining Admixtures, Editor(s): V.S. Ramachandran, Concrete Admixtures Handbook (Second Edition), William Andrew Publishing, p. 518-557.
- [10] W.C., Hansen, E.E., Pressler, (1947). Solubility of  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  and  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  in Dilute Alkali Solutions, Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 39, No. 10, pp. 1280-1282
- [11] M., Pigeon, R., Pleau, (1995). Durability of Concrete in Cold Climates. Chapter 6. 129-153.
- [12] V.H., Dodson, 1990. Concrete admixtures, Springer (Chapter 6), 218.  
DOI: 10.1007/978-1-4757-4843-7\_6
- [13] C., Jolicoeur, T.C., To, E., Benoit, R., Hill, Zhang, Z., Pagé, M., (2009). Fly Ash-Carbon effects on concrete air entrainment: Fundamental studies on their origin and chemical mitigation, Word of Coal Ash (WOCA) Lexington, KY, USA.
- [14] P., Plante, (1989). Influence des alcalins solubles sur la production et la stabilité du réseau de bulles dans le béton a air entraîné, PhD Thesis, Department of Civil Engineering, Laval University, Québec, 559
- [15] M., Pigeon, P., Plante, M., Pigeon, P., Plante, M., Plante, (1989). Air void stability, Part I: Influence of silica fume and other parameters. ACI Materials Journal, 86(5), 482-490.
- [16] P., Plante, M., Pigeon, F., Saucier, (1989). Air Void Stability Part II: Influence of Cement and Superplasticizers, ACI Materials Journal, Vol. 86, No. 6, 581-589.
- [17] F., Saucier, M., Pigeon, P., Plante. Air-void Stability. Part III: Field tests of superplasticized concretes. ACI Material Journal. V. 87. N., 1. Jan-Feb. 1990, 3-11.
- [18] K.M., Ravi, D.G., Zollinger, R., Szecsy, (1993). Examination of air entrainment stability factors of pumped concrete, Research Report FHWA/TX-93/1254-3F, 199.
- [19] V.S., Ramachandran, R.F., Feldman. Admixture Interactions in Concrete, (Chapter 3), Editor(s): V.S. Ramachandran, Concrete Admixtures Handbook (Second Edition), William Andrew Publishing, 1996, 95-136. DOI: 10.1016/B978-081551373-5.50007-6
- [20] B.-G., Kima, S., Jianga, C., Jolicoeur, P.-C., Aïtcin, (2000). The adsorption behavior of PNS superplasticizer and its relation to fluidity of cement paste, Cement and Concrete Research 30, 887-893. DOI: 10.1016/S0008-8846(00)00256-8
- [21] ASTM C305-14, Standard Practice for Mechanical Mixing of Hydraulic Cement Pastes and Mortars of Plastic Consistency, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014, [www.astm.org](http://www.astm.org)
- [22] T. Fantous, A. Yahia, 2019. Air-Void Characteristics in Highly Flowable Cement-Based materials, CONBUILDMAT-D-19-05641
- [23] D.D., Magura (1996). Air Void Analyzer Evaluation. Construction Technology Laboratories. Inc., Report FHWA-SA-96-062. Washington. USA. 131.
- [24] H., Du, K.H., Tan. Waste Glass Powder as Cement Replacement in Concrete, Journal of Advanced Concrete Technology, volume 1 2 (2014), 468-477. DOI: 10.3151/jact.12.468
- [25] B., Taha, G., Nounu (2009). Utilizing waste recycled glass as sand/cement replacement in concrete, Journal of Materials in Civil Engineering, 21(12): 709-721.  
DOI: 10.1061/(ASCE)0899-1561(2009)21:12(709)

- 
- [26] E.E., Ali, S.H., Al-Tersawy, (2012). Recycled glass as a partial replacement for fine aggregate in self compacting concrete, *Construction and Building Materials*, 35, 785-791. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2012.04.117

# ANNEXE B : Compilation des résultats supplémentaires

## 1. Effect of viscosity and shear regime on the stability of air-void system in self-consolidating concrete using Taguchi method (Chapter 5)

Table B.1. Characteristics of the air-void system of SCC mixtures

	AVA			SAM							
	0 min	60 min	2.5 min	0 min		30 min		60 min		2.5 min	
	Air <sub>1000</sub> (%)	Air <sub>1000</sub> (%)	Air <sub>1000</sub> (%)	Air (%)	SAM number (PSI)	Air (%)	SAM number (PSI)	Air (%)	SAM number (PSI)	Air (%)	SAM number (PSI)
SCC 1	3.9	0.7		6.3	0.25	5.4	0.33	4.3	0.39		
SCC 2	3.0	0.6		5.8	0.38	3.9	0.40	3.0	0.46		
SCC 3	3.1		0.9	7.9	0.21					3.6	0.59
SCC 4	3.1	0.6		4.0	0.34	3.5	0.47	3.4	0.47		
SCC 5	2.8	0.5		4.7	0.41	2.5	0.51	2.1	0.55		
SCC 6	3.3		0.7	4.0	0.30					2.5	0.65
SCC 7	3.8	1.7		6.9	0.29	5.6	0.30	5.2	0.33		
SCC 8	3.2	1.4		5.0	0.33	3.7	0.35	2.8	0.38		
SCC 9	4.0		1.3	7.2	0.21					4.0	0.45
SCC 10	3.3	1.3		4.7	0.25	4.1	0.32	4.0	0.41		
SCC 11	3.1	1.1		4.4	0.31	3.2	0.41	2.8	0.49		
SCC 12	3.0		1.1	5.0	0.20					3.3	0.52
SCC 13	4.8	3.6		8.0	0.19	7.6	0.25	5.9	0.28		
SCC 14	4.6	3.5		7.6	0.26	7.2	0.29	5.5	0.30		
SCC 15	4.4		1.9	7.4	0.15					5.3	0.25
SCC 16	4.2	2.3		7.7	0.22	6.0	0.34	5.4	0.34		
SCC 17	3.8	1.7		7.5	0.28	7.2	0.37	4.5	0.30		
SCC 18	3.5		2.1	6.9	0.30					4.1	0.30



## 2. Influence of various combinations of adjuvants (SP-AEA-VMA) under different shear modes on the stability of air-void system in SCC (Chapter 6)

Table B.2. Characteristics of the air-void system of SCC mixtures

	AVA			SAM							
	0 min	60 min	2.5 min	0 min		30 min		60 min		2.5 min	
	Air <sub>1000</sub> (%)	Air <sub>1000</sub> (%)	Air <sub>1000</sub> (%)	Air (%)	SAM number (PSI)	Air (%)	SAM number (PSI)	Air (%)	SAM number (PSI)	Air (%)	SAM number (PSI)
SCC 1	4.1	2,6		7.0	0,22	6,1	0,26	5,0	0,35		
SCC 2	3.3	1,2		5,8	0,29	4,2	0,41	3,7	0,60		
SCC 3	3.8		0,9	5,9	0,25					3,7	0,74
SCC 4	2.7	2,1		4,9	0,30	3,5	0,53	3,4	0,58		
SCC 5	2.1	0,6		4,4	0,28	3,2	0,77	2,9	0,62		
SCC 6	2.2		0,8	6,4	0,26					3,2	0,83
SCC 7	2.9	2,7		5,2	0,24	4,6	0,31	4,0	0,48		
SCC 8	2.0	0,8		4,9	0,22	4,0	0,30	3,8	0,65		
SCC 9	3.1		0,7	6,9	0,27					3.0	0,80
SCC 10	3.5	1,9		5,3	0,25	4,7	0,46	3,0	0,51		
SCC 11	3.3	0,9		5,1	0,30	3,5	0,55	2,8	0,72		
SCC 12	2.9		0,5	6,0	0,32					2.5	-
SCC 13	4.0	3,3		5,5	0,25	4,8	0,20	4,5	0,37		
SCC 14	3.7	2,9		5,8	0,30	4,0	0,37	3,8	0,56		
SCC 15	2.9		2,0	5,3	0,33					4,5	0,43
SCC 16	3.9	2,5		5,6	0,19	3,9	0,30	3,5	0,30		
SCC 17	2.7	1,8		5,3	0,25	4,4	0,35	4,0	0,47		
SCC 18	2.3		1,7	5,4	0,28					3,9	0,46

### 3. Air-Void Characteristics in Highly Flowable Cement-Based materials (Chapter 7)

Table B.3. Packing density of blended aggregate (binary, ternary and quaternary)

			Sand (%)	Aggregates (%)			Packing density			$(PD_{ICT} - PD_{B\acute{e}tonLab})^2$
				5-10 mm	5-14 mm	10-20 mm	ICT	B\acute{e}tonLab	ASTM C29 (validation)	
$\phi_{max} = 14 \text{ mm}$	1	PD.1	50	0	50	0	<b>0.6295</b>	0.6295	0.6166	0.000E+00
	2	PD.2	50	10	40	0	<b>0.6450</b>	0.6459	0.6325	8.100E-07
	3		50	20	30	0	0.6594	0.6610	-	2.560E-06
	4		50	30	20	0	0.6638	0.6661	-	5.290E-06
	5	PD.3	50	40	10	0	<b>0.6760</b>	0.6788	0.6648	7.840E-06
	6		50	50	0	0	0.6338	0.6369	-	9.610E-06
$\phi_{max} = 20 \text{ mm}$	7		50	0	0	50	0.6041	0.6005	-	1.296E-05
	8		50	0	10	40	0.6365	0.6339	-	6.760E-06
	9		50	0	20	30	0.6565	0.6541	-	5.760E-06
	10		50	0	30	20	0.6550	0.6532	-	3.240E-06
	11		50	0	40	10	0.6410	0.6400	-	1.000E-06
	12		50	0	50	0	0.6295	0.6295	-	0.000E+00
	13		50	0	0	50	0.6041	0.6005	-	1.296E-05
	14		50	10	0	40	0.6417	0.6395	-	4.840E-06
	15		50	20	0	30	0.6944	0.6864	-	6.400E-05
	16		50	30	0	20	0.6565	0.6570	-	2.500E-07
	17		50	40	0	10	0.6499	0.6521	-	4.840E-06
	18		50	50	0	0	0.6338	0.6369	-	9.610E-06
	19		50	5	5	40	0.6292	0.6269	-	5.290E-06
	20		50	10	10	30	0.6296	0.6281	-	2.250E-06
	21	PD.6	50	10	20	20	<b>0.7022</b>	0.7015	0.6915	4.900E-07
	22		50	20	10	20	0.6712	0.6710	-	4.000E-08
	23	PD.5	50	10	30	10	<b>0.6594</b>	0.6594	0.6486	0.000E+00
	24	PD.4	50	30	10	10	<b>0.6186</b>	0.6197	0.6072	1.210E-06
Residual error = $\sqrt{\sum_1^{24} (PD_{ICT} - PD_{B\acute{e}tonLab})^2} \times 100 = 1.27 \%$										

# ANNEXE C : Propriétés géométriques d'une bulle d'air

Les expressions mathématiques de la surface et du volume d'une sphère sont données par les deux équations suivantes :

- *Surface d'une section située au centre de la bulle*

$$A_{\text{sphère}} = 2 \pi r * 2 r = 4 \pi r^2 \quad (\text{C.1})$$

- *Volume d'une bulle parfaitement sphérique*

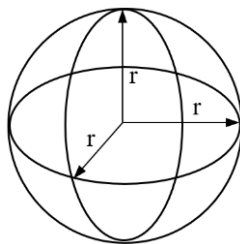
$$V_{\text{sphère}} = \frac{1}{3} (4 \pi r^2 * r) = \frac{4}{3} \pi r^3 \quad (\text{C.2})$$

S'il s'avère que la bulle devait subir une quelconque déformation, l'équation (C.2) devient alors :

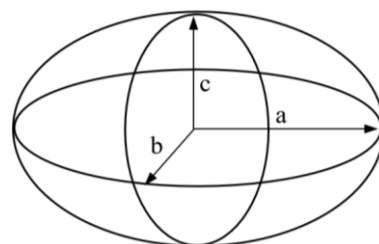
- *Volume d'une bulle déformée (Figure C.1)*

$$V_{\text{sphère}} = \frac{4}{3} \pi abc \quad (\text{C.3})$$

Où,  
 $2 \pi r$  : circonférence  
 $2 r$  : diamètre  
 $4 \pi r^2$  : air de la sphère  
 $r$  : rayon  
 $a, b$  et  $c$  = rayons de la bulle déformée (variables)



*Bulle sphérique*



*Bulle déformée*

Figure C.1. Forme et déformation d'une bulle d'air

## ANNEXE D : Détermination du seuil minimal de la tension de surface influencé par l'AEA

La tension superficielle minimale influencée par le dosage en AEA est déterminée par le biais de la méthode Stalagmométrie décrite à la section (2.2.1). Les résultats obtenus sont indiqués au Tableau D.1.

Table D.1. Tension de surface en fonction du dosage en AEA

AEA (ml)	N <sub>eau</sub>	N <sub>inc</sub>	M <sub>eau</sub> (g)	M <sub>inc</sub> (g)	Density (kg/m <sup>3</sup> )	$\sigma$ (N/m)	% de réduction
0	18	-	0,89	-	1000,0	0,0728	-
2	-	26	-	0,63	1004,2	0,0506	30
3	-	30	-	0,54	1012,6	0,0442	39
4	-	37	-	0,45	1006,3	<b>0,0356</b>	<b>51</b>
5	-	31	-	0,52	1010,5	0,0427	41
6	-	28	-	0,58	1008,4	0,0472	35

La Figure D.1 illustre la tension de surface minimale obtenue avec la variation du dosage en AEA. Celle-ci correspond à 0,036 N/m pour un dosage optimal en AEA de 4 ml /20 ml d'eau. De ce fait, la réduction maximale occasionnée est égale à 51 %. Ainsi, le surfactant (AEA) employé dans cette étude peut réduire de moitié la tension de surface de l'eau pour permettre la formation et la stabilisation des bulles d'air lors des travaux de malaxage.

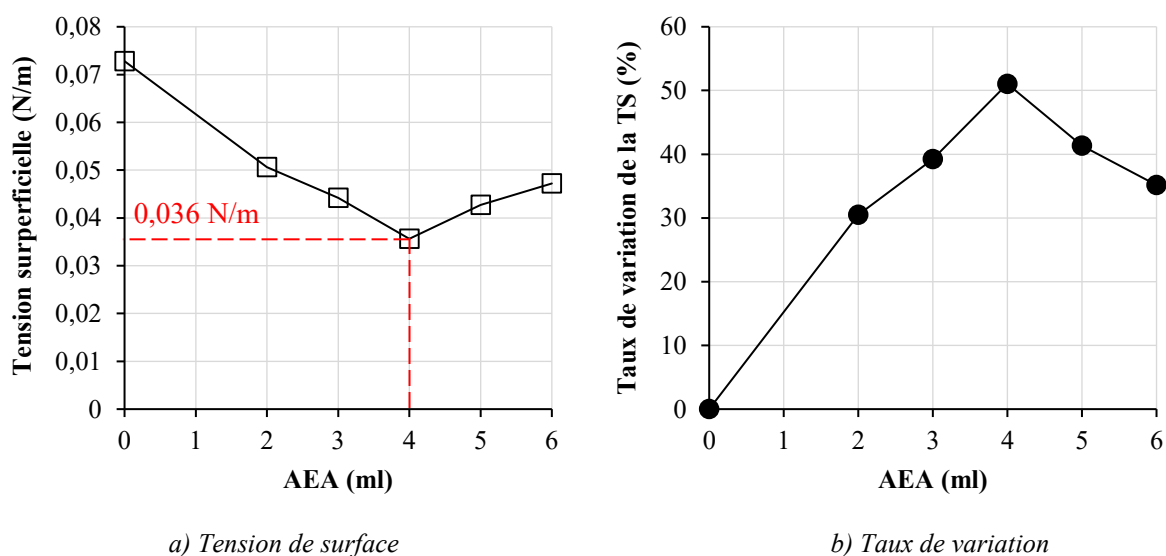


Figure D.1. Tension de surface et taux de variation en fonction du dosage en AEA

## ANNEXE E : Code numérique (Matlab)

Le code est utilisé sous Matlab, conjointement avec la norme ASTM C457-C, dans le traitement d'image pour la détermination des caractéristiques du RBA.

### % Détermination de la teneur en air

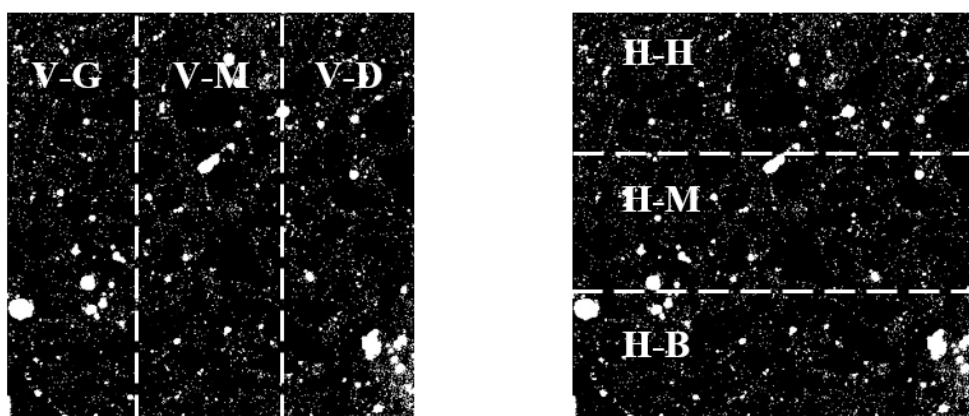
```
I = imread('x.jpg');  
bw = im2bw(I); % binarisation de l'image (noir/blanc)  
nWhite = sum(bw(:)); % détermination du nombre de pixel blanc. Identification des zones blanches (bulles d'air)  
nBlack = numel(bw) - nWhite; % détermination du nombre de pixel noir. Identification des zones noires (pâte, granulats, etc.)  
Air = (nWhite * 100)/numel(bw); % détermination de la teneur en air (%)
```

### % Détermination du facteur d'espacement, de la surface spécifique et de la fraction d'air efficace

```
I = xlsread('x.xlsx'); % importation du chiffrier Excel obtenu avec imageJ  
x = I(:,1); % coordonnées xx des bulles interceptées  
y = I(:,2); % coordonnées yy des bulles interceptées  
s = I(:,3); % surface individuelle de chacune des bulles d'air (plan 2D)  
S = 4*s; % surface individuelle de chacune des bulles d'air (plan 3D/sphère)  
d = 2*sqrt(s/pi); % diamètre de chacune des bulles d'air  
v = (4/3)*pi*(d/2).^3; % volume individuel de chacune des bulles d'air  
SS = mean(S);  
vv = mean(v); % volume 3D moyen  
Alpha = SS/vv; % surface spécifique ( $\alpha$ ) (1/mm)  
vp = 33; % volume de pâte selon la formulation du béton (exemple 33%)  
fraction = vp/Air;  
if fraction > 4.432  
    L = 3/Alpha*((1.4*((fraction)+1).^(1/3))-1); %  $\bar{L}$  (mm) si  $P/A > 4.432$   
else  
    L = 4/Alpha; %  $\bar{L}$  (mm) si  $P/A < 4.432$   
end  
AB = sum(d); % somme totale des diamètres des bulles d'air  
AC = sum(d(find(and(d >= 0, d <= 0.3)))); % somme des diamètres des bulles d'air inférieures à 300  $\mu\text{m}$   
EF = AC*100/AB; % fraction efficace des bulles d'air (%)
```

## ANNEXE F : Répartition du volume d'air à l'intérieur d'un cylindre de béton

L'emploi du code numérique indiqué à l'Annexe E, nous permettra d'analyser lesdites images qui seront séparées en 3 zones horizontales (haut, milieu et bas) et 3 zones verticales (gauche, milieu et droit) identifiées comme c'est montré à la Figure F.1 et au Tableau F.1. Les étapes suivies dans l'application de ce protocole sont montrées aux Figures F.2 et F3. Voir également les descriptifs donnés à la section 3.4.2.d concernant les deux procédures B et C de la norme ASTM C457.



1 $(V-G+H-H)/2$	2 $(V-M+H-H)/2$	3 $(V-D+H-H)/2$
4 $(V-G+H-M)/2$	5 $(V-M+H-M)/2$	6 $(V-D+H-M)/2$
7 $(V-G+H-B)/2$	8 $(V-M+H-B)/2$	9 $(V-D+H-B)/2$

Figure F.1. Identification des zones suivant des coupes horizontales (H) et verticales (V)

Table F.1. Identification des zones analysées

Zones	Disposition	Nomenclature
Horizontales	Haut	H-H
	Milieu	H-M
	Bas	H-B
Verticales	Gauche	V-G
	Milieu	V-M
	Droit	V-D

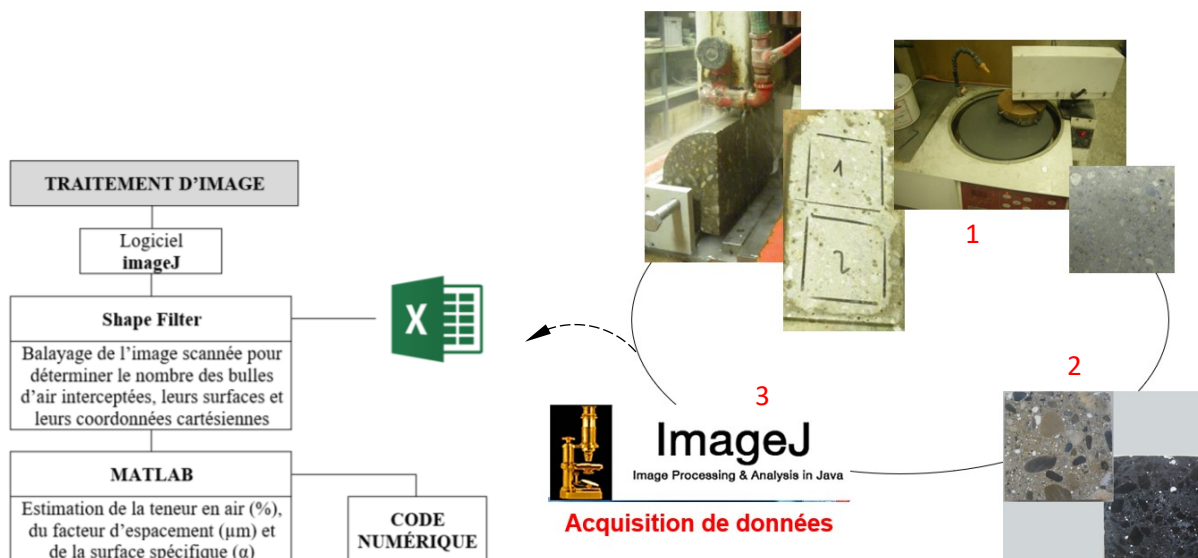


Figure F.2. Étape 1 (préparation, numérisation et acquisition)

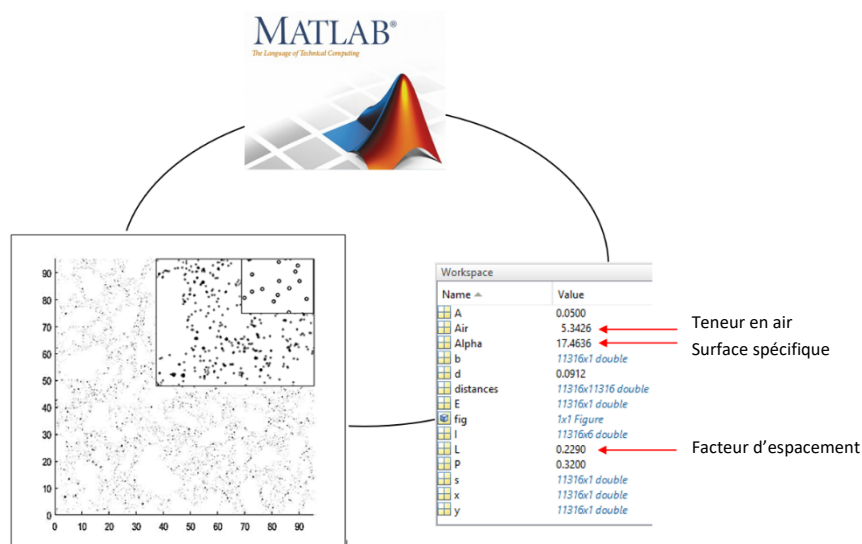


Figure F.3. Étape 2 (traitement de données)

### Exemple – Échantillon no 15

En plus de la détermination numérique de la teneur en air des différentes zones, l'attribution d'un code de couleur aux différentes teneurs en air déterminées, nous permettra de visuellement mieux apprécier cette répartition tant sur le plan horizontal que vertical.

Comme illustré aux Figures F.4 et F.5, nous constatons que les bulles d'air ont un déplacement jugé préférentiel. Verticalement parlant, nous remarquons que la zone médiane V-M (Figure F.1), dans l'ensemble des plaques testées, contient un volume d'air légèrement inférieur à celui des autres zones V-D et V-G. Ceci appuie l'idée que les bulles d'air situées au centre ont tendance à aller vers les parois verticales extérieures. Ce phénomène pourrait causer un bullage à la surface du béton une fois décoffrée, notamment pour les ouvrages minces (murs, colonnes, etc.). De plus, sur le plan horizontal, la moitié supérieure du cylindre contient généralement un peu plus d'air que la moitié inférieure, et ce, dépendamment de plusieurs paramètres dont la rhéologie du béton. Pour résumer, nous pouvons dire que sur le plan vertical, les bulles d'air ont tendance à aller vers les côtés, dû notamment à l'influence de la pression hydrostatique fortement présente au centre. Tandis, que sur le plan horizontal, les bulles d'air tendent à se déplacer par ascension des niveaux inférieurs vers les niveaux supérieurs. Ainsi, le béton même s'il est au repos, continue de perdre de l'air.

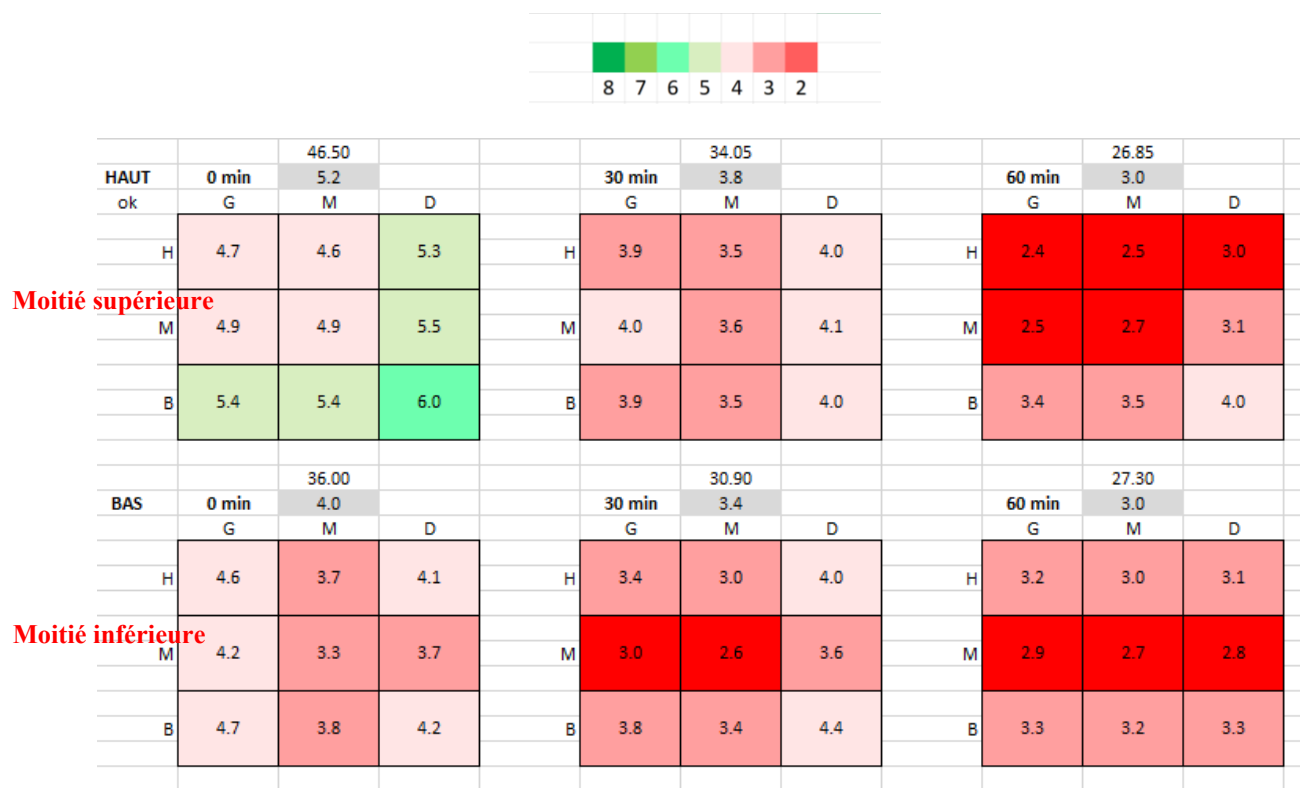


Figure F.4. Teneurs en air à travers les différentes zones d'un cylindre de béton (moitié sup. vs inf.)



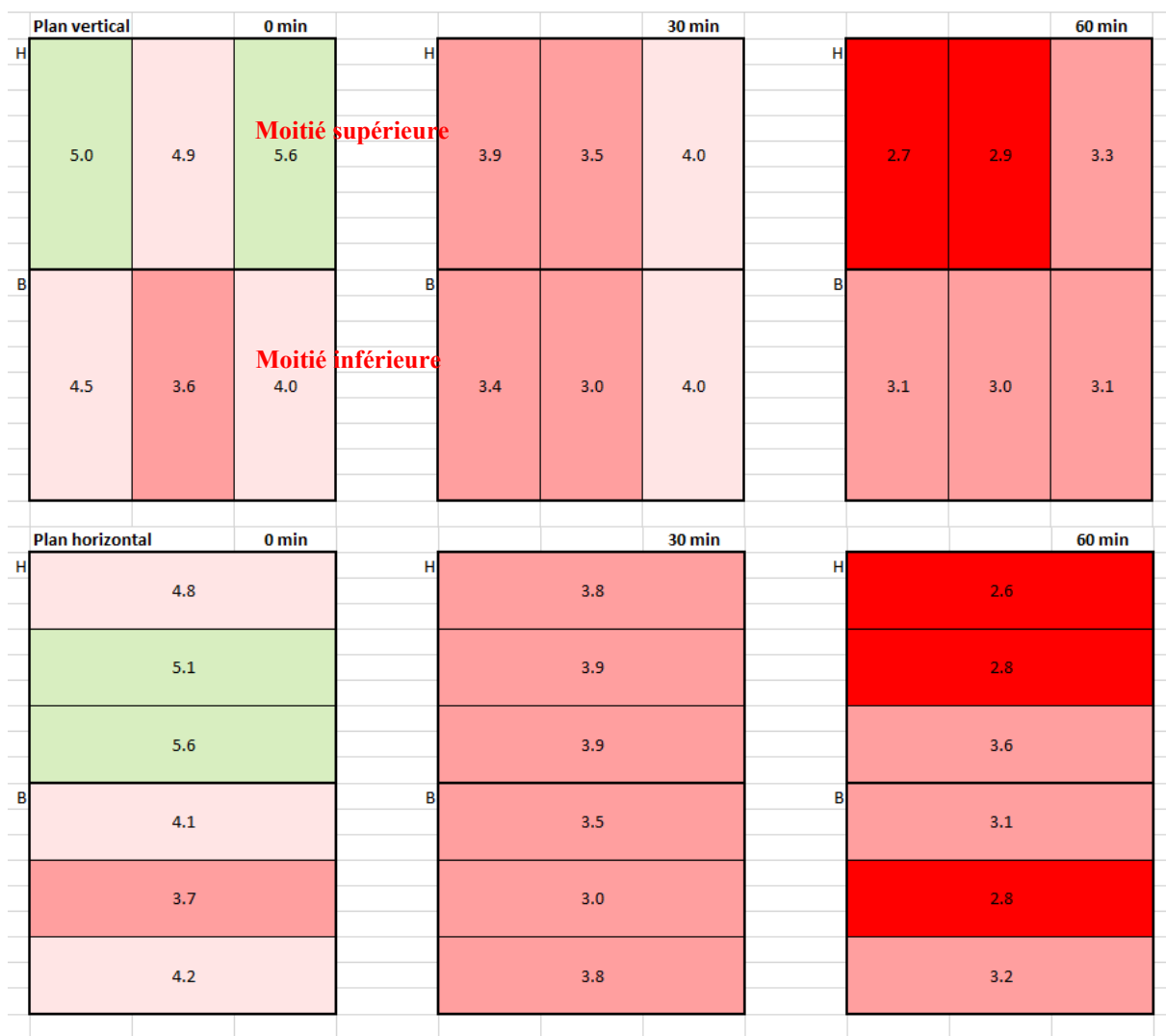
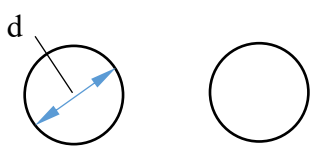
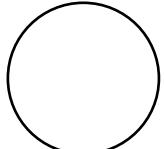


Figure F.5. Répartition des teneurs selon les deux plans horizontal et vertical

## ANNEXE G : Propriétés des bulles d'air avant et après coalescence

La réduction de la tension de surface occasionnée par l'action de l'AEA tend à réduire l'énergie nécessaire pour fractionner une grosse bulle d'air en plusieurs microbulles. Le Tableau G.1 illustre les propriétés de deux bulles ayant un diamètre (d) avant et après coalescence. Ceci exprime la capacité que les bulles d'air ont, quelles que soient leurs dimensions, de vouloir fusionner pour réduire leur énergie de surface, considéré comme étant un processus normal qui évolue en parallèle avec les lois de la mécanique des fluides.

Table G.1. Énergie de surface avant et après fusionnement [Marchand et al., 1994]

	Avant coalescence	Après coalescence
		
Diamètre	d	1,26 d
Volume	$2 * \pi d^3 / 6$	$\pi (1,26 d)^3 / 6 = 2 * \pi d^3 / 6$
Surface totale	$2 * \pi d^2$	$\pi (1,26 d)^2 = 1,59 * \pi d^2$
Énergie de surface	$\sigma * 2 * \pi d^2$	$\sigma * 1,59 * \pi d^2$
<p>Avec,</p> <p><math>\sigma</math> : tension de surface à l'interface air-liquide</p> <p>Rapport d'énergie = <math>\frac{\text{énergie de surface après coalescence}}{\text{énergie de surface avant coalescence}}</math></p> $= \frac{\sigma * 1,59 * \pi d^2}{\sigma * 2 * \pi d^2} = 0,79$ <p>Le changement que l'énergie de surface subie (avant vs après coalescence), représente une diminution d'environ 21%</p>		